

Acta Cryst. (1963). **16**, 837

Gerät zur schnellen Justierung von Einkristallen aus Schwenk- oder Konvergenzaufnahmen.

VON SIEGFRIED KULPE, *Institut für Strukturforschung der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin, Berlin-Adlershof, Deutschland*

(Eingegangen am 3. September 1962)

Das nachfolgend beschriebene Justiergerät dient dazu, die erforderlichen Winkelverstellungen für die Justierung von Einkristallen nach dem Schwenkverfahren einfacher und schneller als nach den üblichen Methoden zu bestimmen. Es beruht auf einem Prinzip, das an Hand der Fig. 1 und 2 beschrieben werden soll. In Fig. 1 sind die geometrischen Verhältnisse bei der Entstehung von Reflexen auf Schwenk- bzw. Konvergenzaufnahmen mit zylindrischer Filmordnung dargestellt (Ewald, 1913, 1936; Kratky, 1932; Kratky & Krebs, 1936).

In der Mitte des Filmzylinders befindet sich der Einkristall Kr (Fig. 1), der vom primären Röntgenstrahl PS getroffen wird. Den Ursprung des zum Kristall gehörenden reziproken Gitters legen wir in den Punkt, in dem der Primärstrahl den Film trifft. Seinen Massstab wählen wir so, dass die Ewaldsche Ausbreitungskugel EK den gleichen Durchmesser wie der zylindrische Film besitzt. Der Kristall soll nun so justiert werden, dass die Richtung N einer bestimmten Gittergeraden mit der Richtung D der Zylinderachse bzw. mit der Richtung D' , die zu D parallel ist, zusammenfällt.

In Fig. 1 ist eine dejustierte Stellung des Kristalls dargestellt. Senkrecht zu N liegt eine Ebenenschar des reziproken Gitters. Diejenige Ebene dieser Schar, die durch U verläuft, schneidet die Ewaldsche Ausbreitungskugel EK auf einem Kreis, auf dem die Punkte U, P_0, P_1, P_2 liegen. Der Winkel zwischen N und D sei β .

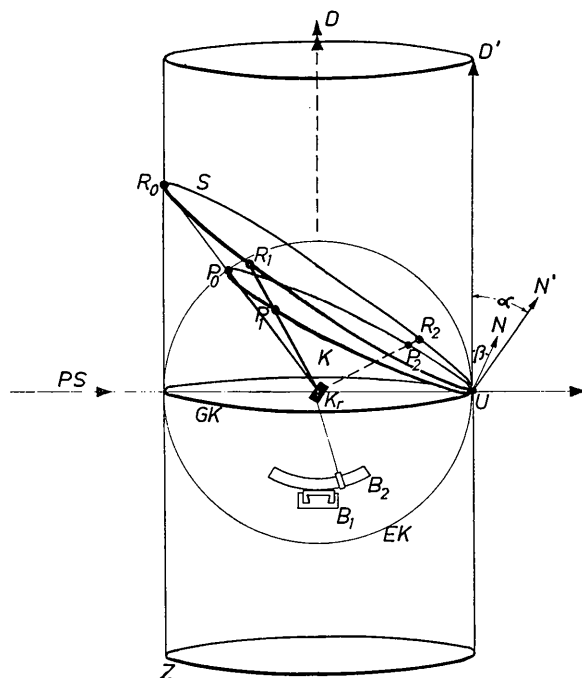


Fig. 1. Geometrische Verhältnisse bei der Entstehung von Reflexen auf einem Film in einer zylindrischen Filmkassette (Bezeichnungen im Text).

Bei dieser Stellung des Kristalls liegt jeder abgelenkte Strahl in einem Kegelmantel, dessen Spitze K ist und der den Schnittkreis U, P_0, P_1, P_2 enthält. Die Punkte P_0, P_1, P_2 seien Punkte des reziproken Gitters, die bei dieser Stellung des Kristalls in der Oberfläche der EK liegen. Die entsprechenden sekundären Strahlen treffen den Film in den Punkten R_0, R_1, R_2 , welche auf der

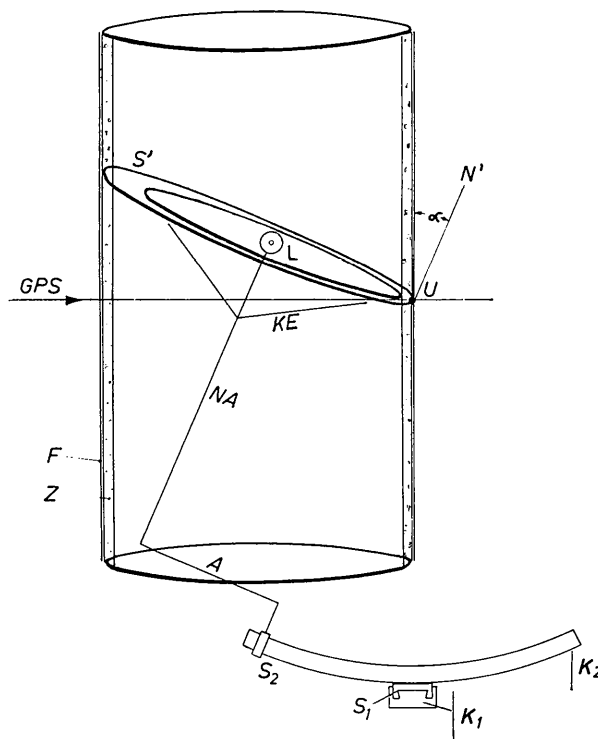


Fig. 2. Prinzip des Aufbaus und der Wirkungsweise des Justiergerätes. α soll so gewählt sein, dass die Kurve S' noch als eben angesehen werden kann (Bezeichnungen im Text).

Schnittkurve S dieses Kegels mit dem Filmzylinder liegen. Die Schnittkurve S kann bei relativ kleinen β -Winkeln als ebene Kurve angesehen werden. Die Normale N' der Ebene, in der die Kurve liegt, schließt mit D den Winkel α ein. Die durch Schwenkung des Kristalls um einen kleinen Winkelbetrag um die in der Abbildung gezeigte Stellung entstehenden weiteren Reflexe liegen nicht mehr genau auf dieser Kurve S , aber doch sehr nahe bei ihr. Die Abweichung ist umso kleiner, je kleiner der Winkel des Schwenkbereichs beim Schwenkverfahren bzw. der Öffnungswinkel des Strahlenbündels beim Konvergenzverfahren ist (Kratky, 1932) und je kleiner β ist.

Der Winkel β soll nun mit Hilfe von Schlitten auf den gekreuzten Kreissegmentbögen B_1 und B_2 in zwei

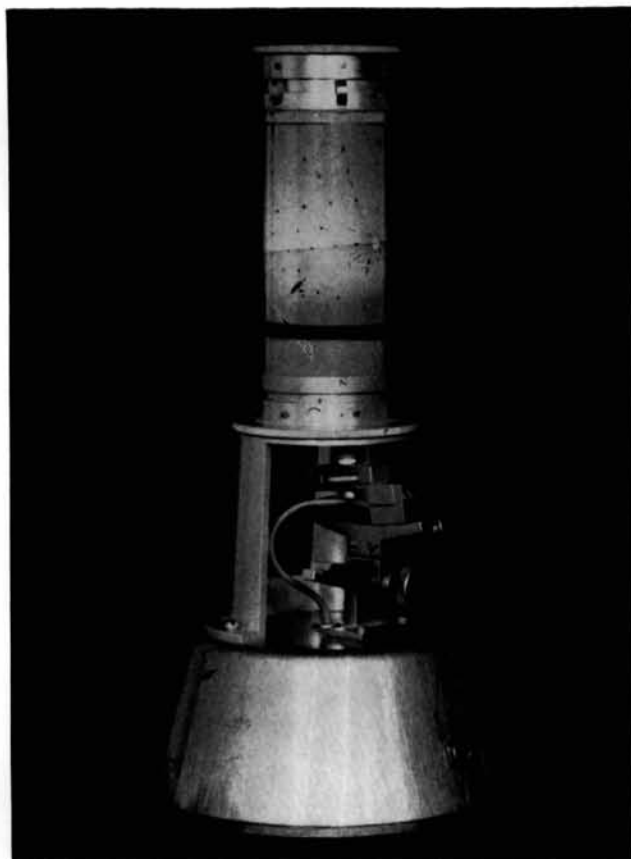


Fig. 3. Photographie des Funktionsmusters des Justiergerätes. Es ist gebaut für einen Filmdurchmesser von 57,3 mm und kann leicht auch für Kassetten mit etwas grösserem Durchmesser verwendet werden.

Schritten nachgestellt werden, um den Kristall in der gewünschten Weise zu justieren. In der justierten Stellung fällt die Kurve S mit dem Schnittkreis K zusammen, sie legen dann in der Äquatorebene der EK senkrecht zur Zylinderachse.

Voraussetzungen für die Anwendung des vorgeschlagenen Gerätes sind:

1. Mindestens zwei Reflexe müssen als zur gewünschten Äquatorschichtlinie gehörig bekannt sein. Auch bei dem üblichen Verfahren muss die Äquatorschichtlinie als solche erkennbar sein (Kratky & Krebs, 1936; Jeffrey, 1949; Jost, 1963). Für unser Verfahren genügt eine sehr geringe Anzahl von Reflexen.

2. Der Winkel zwischen der Achse des äusseren Segmentbogens und dem Primärstrahl muss gleich dem Winkel zwischen dem äusseren Segmentbogen des Justiergerätes und einer apparativ festgelegten 'Primärstrahlrichtung' sein. Bei dem vorliegenden Gerät liegt der äussere Segmentbogen senkrecht zum Primärstrahl.*

3. Die Lage des Films in der Filmkassette muss so markiert werden, dass er auf dem Justiergerät in eine analoge Lage relativ zu dem dafür vorgesehenen Zylinder gebracht werden kann.

Den Aufbau und die Wirkungsweise des Gerätes zeigt Fig. 2. Auf einem transparenten Zylinder Z , dessen Aussendurchmesser gleich dem Innendurchmesser des Filmes in der Filmkassette ist, wird der belichtete Film so befestigt, dass der Primärstrahl mit dem auf der Zylinderoberfläche markierten Punkt U zusammenfällt. Zwei Lichtmarken auf dem Film gestatten, ihn in die gleiche Relativlage zum gedachten Primärstrahl GPS zu bringen, die er während der Aufnahme zum wirklichen Primärstrahl PS in Fig. 1 hatte. Im Innern des Zylinders ist eine Anordnung NA angebracht, die mit Hilfe eines halboffenen durchsichtigen Kegels KE und einer Lichtquelle L eine Schattenebene erzeugt, deren Schnittkurve S' mit der Oberfläche des Zylinders deutlich von aussen zu sehen ist. S' ist eine Nachbildung der Kurve S in Fig. 1.† Die Anordnung NA ist auf zwei gekreuzten Kreissegmentbögen K_1 und K_2 angebracht, deren Achsen sich in U schneiden. In der Nullstellung der Schlitten auf den Bögen fällt S' mit der Äquatorlinie des transparenten Zylinders zusammen. Bei einer Bewegung der Schlitten verändert sich die Kurve S' , geht aber immer durch U . Die Auslenkungen der Schlitten können auf Gradeinteilungen abgelesen werden. Durch die Lichtquelle L wird der Film ausserdem von innen so beleuchtet, dass auch schwächere Reflexe deutlich zu sehen sind.

* Auch eine solche Bedingung muss bei den üblichen Verfahren erfüllt sein.

† Diese Art der Nachbildung der Kurve S (Schnitt einer Ebene mit einem Zylinder) ist bequem und eine sehr gute Näherung im Bereich der β -Winkel, für die das Gerät gebaut ist. Die Kurve S kommt aber durch Schnitt eines Kegels mit einem Zylinder zustande. Man kann die Nachbildung von S dadurch vollkommen machen, dass man S' so erzeugt, dass statt der Ebene ein geeignet erzeugter Kegel (z.B. Licht- oder Schattenkegel) im Innern des transparenten Zylinders angebracht wird. Bei geeignetem Bau könnte dann ein Gerät für wesentlich grössere Winkelabweichungen hergestellt werden.

Mit Hilfe der Schlitten S_1 und S_2 wird NA nun so bewegt, dass die Schattenbegrenzungskurve S' mit der Kurve S zusammenfällt. Der so ermittelte Winkel entspricht dem Winkel β in Fig. 1. Er setzt sich zusammen aus dem Korrekturwinkel β_{\perp} auf dem Bogen senkrecht zum gedachten Primärstrahl und aus dem Winkel β_{\parallel} auf dem Bogen parallel zum Primärstrahl. Der Winkel β wird durch folgende Beziehungen in den Winkel α umgerechnet:

$$\beta_{\perp} = \alpha_{\perp}; \quad \beta_{\parallel} = \frac{1}{2} \arctg(2 \operatorname{tg} \alpha_{\parallel}).$$

Die von K_1 und K_2 abgelesenen und nach den angegebenen Formeln umgerechneten Winkel werden nun auf die entsprechenden Bögen B_1 und B_2 des Goniometerkopfes übertragen. Damit ist der Kristall justiert.

Fig. 3 zeigt das Funktionsmuster; schon 3 oder 4 Reflexe genügen für eine relativ genaue Bestimmung der Winkel. Daher können kleine Schwenkbereiche und damit kürzere Belichtungszeiten verwendet werden. Die Reflexe liegen dann auch genauer auf einer Kurve, so dass die Korrekturwinkel genauer bestimmt werden können. Dadurch, dass das Schwenken des Kristalls — ähnlich wie beim Konvergenzverfahren nach Kratky (1932) — durch Konvergenz des Primärstrahls ersetzt wird, könnte die Belichtungszeit noch wesentlich herabgesetzt werden.

Nach unseren bisherigen Erfahrungen kann man auch bei Aufnahmen, auf denen die Reflexe nur bis $2\theta \simeq 90^\circ$ zu sehen sind, die Korrekturwerte auf beiden Schlitten gut einstellen. Die beiden Schlitten können gleichzeitig um Winkel bis zu 13° verstellt werden. Bei Verstellungen dieser Grösse arbeitet das Funktionsmuster zur Zeit mit Fehlern innerhalb etwa $\pm 0,3^\circ$. Bei kleineren Dejustage-Winkeln wird die Genauigkeit grösser.

Das Gerät bietet neben den bereits genannten z.B. noch folgende Vorteile. Die Filme können in unserem Zustand auf den Zylinder gebracht werden. Das Justieren von Einkristallen mit Hilfe des Gerätes ist leicht erlernbar und stellt an Erfahrung und Vorstellungsvermögen des Experimentierenden keine besonderen Anforderungen. Da es eine anschauliche, räumliche Darstellung des Zusammenhangs zwischen Kristallraum und reziprokem Raum gibt, wird es auch für Lehrzwecke geeignet sein.

Für wertvolle Diskussionen und Anregungen möchte ich Frau Prof. K. Dornberger-Schiff und Herrn Dipl. Phys. S. Bähr herzlich danken. Für die gelungene Konstruktion des Funktionsmusters danke ich Herrn W. Schwalbe, für die mechanische Ausführung den Kollegen der Zentral- und der Institutswerkstatt. Herr G. Schulz hat mir bei der Ausführung der Versuche mit dem Gerät sehr geholfen.

Literatur

- EWALD, P. P. (1913). *Phys. Z.* **14**, 465.
 EWALD, P. P. (1936). *Z. Kristallogr.* **93**, 396.
 JEFFREY, J. W. (1949). *Acta Cryst.* **2**, 15.
 JOST, K. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 69.
 KRATKY, O. (1932). *Z. Kristallogr.* **82**, 152.
 KRATKY, O. & KREBS, G. (1936). *Z. Kristallogr.* **95**, 253.