

Genauigkeit und Korrekturparameter beim Kristalljustiergerät

VON S. KULPE UND G. KRETSCHMER

Zentralinstitut für Physikalische Chemie der Deutschen Akademie der Wissenschaften zu Berlin,
Berlin-Adlershof, Deutsche Demokratische Republik

(Eingegangen am 5. August 1969)

Frau Prof. Boll-Dornberger zum 60. Geburtstag gewidmet

An instrument for setting crystals has been described earlier. Problems of accuracy obtainable with the method and of systematic corrections are discussed. An accuracy of the instrument is required which is comparable to the accuracy *e.g.* for Weissenberg cameras. An interchange of the position of upper and lower arc of the goniometer head relative to the primary beam results in deviations of the setting angles deduced from the true angles which, however, are significant only for missettings bigger than 8° . The geometry of the instrument referred to the geometry of X-ray scattering in cameras with cylindrical films requires systematic corrections to be applied to the readings from scales of the instrument. Up to missettings of about 8° , the readings give the required setting angles directly. For larger setting angles corrections have to be applied. These corrections are given in numerical tables which have been calculated from formulae, the deduction of which is given. Adjustments may however, be carried out successfully without applying these corrections, by repeating the procedure. Careful application of the method results in an accuracy of setting of $\pm 0,2^\circ$.

Einleitung

Ein Gerät zur schnellen und einfachen Bestimmung der Justierungsparameter eines Kristalls aus Laue-, Schwenk- oder Konvergenzaufnahmen wurde beschrieben (Kulpe, 1963, 1968). Im folgenden werden Fragen der Genauigkeit der Methode und der systematischen Korrektur der vom Gerät abgelesenen Justierungsparameter behandelt.

Genauigkeit des mechanischen Aufbaus

Das wesentliche der dem Gerät zugrunde liegenden Methode besteht in folgendem. Zunächst wird der entwickelte Film einer Schwenk-, Laue- oder Konvergenzaufnahme nach Vorschrift auf das Gerät (Fig. 1) gebracht. Dann wird die Linie von Reflexen einer solchen Ebene des reziproken Gitters, die den Ursprung enthält, mit einer Kurve, Fig. 1.1., des Gerätes zur Deckung gebracht. Diese Kurve ist mittels der gekreuzten Bögen Fig. 1.3 und 1.4 in bestimmter Weise beweglich, wodurch diese Deckung erreicht wird.

Die Achsen der beiden Bögen müssen eine Fehlerkugel von maximal 0,05 mm Durchmesser durchsetzen, deren Mittelpunkt auf der äusseren Oberfläche des transparenten Filmzylinders, Fig. 1.8 (im folgenden Messkopf genannt) markiert ist. Durch diese Kugel muss weiterhin die Kurve (Schattenbegrenzungslinie) Fig. 1.1. in jeder ihrer möglichen Stellungen hindurchgehen. Die Einhaltung einer solchen Toleranzforderung, wie sie im angegebenen Durchmesser der Fehlerkugel zum Ausdruck kommt, ist beim Bau des Gerätes einzuhalten und ist die Voraussetzung für die unten angegebene Genauigkeit des Verfahrens. Sie entspricht

den Toleranzforderungen wie sie beim Bau von Röntgenkameras z.B. für die Masshaltigkeit des Schnittpunktes von Primärstrahl und verschiedenen Kristalldrehachsen auftreten, und sie führt auch zu ähnlich hohem mechanischem Aufwand.

Markierung des Films in der Filmkassette

Um den Film in die genaue Lage auf das Justiergerät bringen zu können, ist es erforderlich, den Film vor dem Herausnehmen aus der Filmkassette in geeigneter Weise zu markieren. Es sind verschiedene Verfahren einer solchen Markierung denkbar, zwei davon wurden beschrieben (Kulpe, 1968). Wesentlich für die Wirkung dieser Markierung auf die Genauigkeit des Verfahrens ist die mechanische Genauigkeit, mit der die vereinbarte Markierung hergestellt und eingehalten wird. So z.B. kann der Film genau auf den Messkopf gebracht werden durch Markierung des Primärstrahlfleckes und zweier weiterer Schwärzungspunkte links und rechts vom Primärstrahl, die der Forderung genügen, auf einer Ebene senkrecht zur Zylinderachse zu liegen. Eine solche Forderung für Bohrungen von 0,5 mm mit einer Toleranz von 0,02 mm in Bezug auf eine Abweichung von der genannten Ebene ist mechanisch relativ leicht zu verwirklichen.

Genauigkeit beim Aufbringen des entwickelten Filmes auf den Messkopf des Kristalljustiergerätes

Für die Genauigkeit des Verfahrens ist die genaue Befestigung des auszuwertenden Röntgenfilms auf dem Messkopf des Justiergerätes von entscheidender Bedeutung. Zu diesem Zweck ist der Film auf den Mess-

kopf in die gleiche Relativlage zum Punkt Fig. 1.5 zu bringen, die er während der Belichtung relativ zum Auftreffpunkt des Primärstrahls auf den Film (Primärstrahlflleck) hatte.

Am Beispiel des oben beschriebenen Verfahrens der Markierung wird die Wirkung der Abweichung von der genannten Forderung beschrieben. Bei diesem Verfahren wird der Primärstrahlflleck des Films mit dem Punkt Fig. 1.5 des Messkopfes zur Deckung gebracht, während die beiden anderen Markierungspunkte von der gleichen Linie einer Schar paralleler, auf dem Messkopf eingravierter Linien, Fig. 1.6, den gleichen Abstand besitzen müssen. Für drei verschiedene Kristalldejustierungen wurde die Wirkung einer Abweichung von dieser 'Forderung des gleichen Abstandes' untersucht. Die Differenz der Abstände wird mit Δl bezeichnet und in Schritten von 0,5 mm vergrößert. In allen drei Fällen war der Primärstrahlflleck mit dem Punkt Fig. 1.5 in Deckung. Die Wirkungen sind in den Fig. 2(a), (b), (c), (d), (e) dargestellt. In dem Fall, der durch die Fig. 2(a) und (b) wiedergegeben ist, war die Dejustierung des Kristalls auf beiden Goniometerkopfbögen mit $15,0^\circ$ und $17,5^\circ$ relativ gross. Im Falle der Fig. 2(a) wurde Δl in der Weise erhöht, dass der in Primärstrahlrichtung links liegende Markierungspunkt (Kulpe, 1968, Fig. 2) über seine exakte Lage, der rechts davon liegende unter diese Lage verschoben wurde. Im Falle Fig. 2(b) wurde für den gleichen Film diese Verschiebung in umgekehrter Richtung vorgenommen. Im Falle der Fig. 2(c) wurde eine kleine Dejustierung $\delta_1 = 1,1^\circ$ auf dem Parallelbogen, eine relativ grosse $\delta_2 = 15,0^\circ$ auf dem Senkrechtbogen; im Falle Fig. 2(d) umgekehrt ein relativ grosses $\delta_1 = 16,1^\circ$ und ein kleines $\delta_2 = 0,1^\circ$ gewählt. In den beiden letzten Fällen wurde Δl vergrößert durch Verschieben des linken Markierungspunktes nach oben. In Fig. 2(e) sind die Änderungen $|\Delta\delta_1|$ und $|\Delta\delta_2|$ in Abhängigkeit von Δl so, wie sie sich aus den Versuchen nach Fig. 2(a), (b), (c), (d) ergeben, zusammenfassend dargestellt.

Daraus ergibt sich:

Die Wirkung einer Abweichung von der exakten Lage des Films auf dem Messkopf Fig. 1.8 des Justiergerätes auf die ermittelten Justierungsparameter δ_1 für den Parallelbogen und δ_2 für den Senkrechtbogen ist merklich. Sie ist stärker für δ_2 und geringer für δ_1 . Der Zusammenhang zwischen Δl , das ein direktes Mass für die Abweichung von der exakten Lage des Films auf dem Messkopf ist, und den Änderungen $|\Delta\delta_1|$ und $|\Delta\delta_2|$ ist im Messbereich linear und unabhängig von der Grösse der Beträge $|\delta_1|$ und $|\delta_2|$.

Die Steigungen der in Fig. 2(e) eingezeichneten Geraden ergeben danach einen gut approximierten Mittelwert für die relativen Änderungen von $|\Delta\delta_1|$ bzw. $|\Delta\delta_2|$ in Bezug auf Δl . Sie betragen

$$\frac{|\Delta\delta_1|}{\Delta l} = 0,2 \text{ grad.mm}^{-1} \text{ und } \frac{|\Delta\delta_2|}{\Delta l} = 1,0 \text{ grad.mm}^{-1}.$$

Da sie im wesentlichen unabhängig von der Dejustierung des Kristalls (d.h. von den Beträgen $|\delta_1|$ und

$|\delta_2|$) sind, stellen sie ein anschauliches Mass für die Wirkung einer unexakten Aufbringung des Films auf den Messkopf dar und können als Gerätekonstante betrachtet werden. Aus diesem Ergebnis leitet sich die Forderung ab, sorgfältig auf die exakte Lage des Films auf dem Messkopf des Gerätes zu achten. Auf die leichte Erfüllbarkeit dieser Forderung ist der Bau des Gerätes eingerichtet.

Verschiedene Filmdurchmesser

Das im Zentralinstitut für Physikalische Chemie befindliche Justier-Gerät hat einen Messkopf, Fig. 1.8, der auf einen effektiven Filmdurchmesser von 57,3 mm abgestimmt ist. Für Röntgenkameras mit zylindrischer

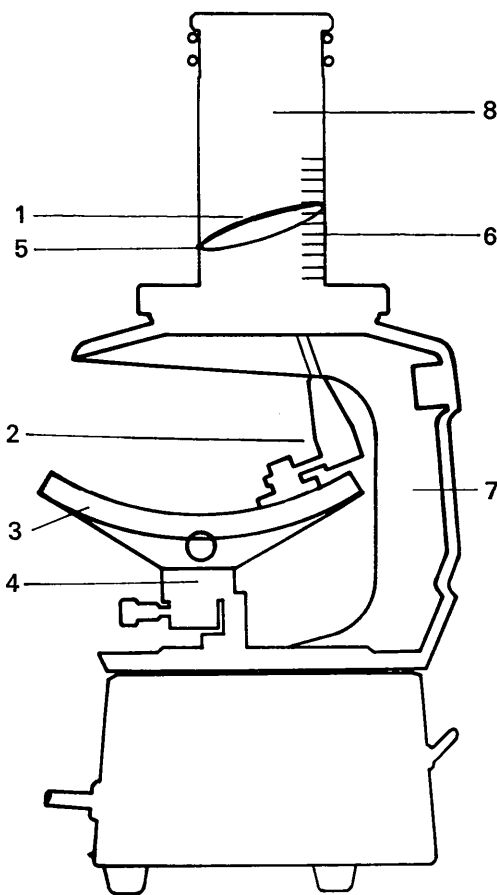


Fig. 1. Schematische Darstellung des Justiergerätes. (1) Bewegliche Kurve (Schattenbegrenzungslinie), die mit optischen Mitteln auf den transparenten Zylinder (Messkopf) (8) des Gerätes projiziert wird; (2) Vorrichtung zur Erzeugung der beweglichen Kurve, die von unten in das Innere des Messkopfes hineinragt; (3) und (4) gekreuzte Bögen, mit deren Hilfe die Vorrichtung (2) bewegt werden kann, sie entsprechen den gekreuzten Bögen eines Zweikreis-Goniometerkopfes; (5) Punkt, in dem die Kurve (1) während ihrer Bewegung fest bleibt; (6) Skala zur Justierung des entwickelten Röntgenfilmes auf dem Gerät; (7) Oberteil des Gerätes, mit dem sowohl der Messkopf (8) als auch der untere Bogen (4) fest verbunden sind.

Filmkassette wird dieser Filmdurchmesser häufig angewendet, weil für diesen Durchmesser entlang dem Filmäquator gilt:

$$1 \text{ mm} = 1^\circ \theta.$$

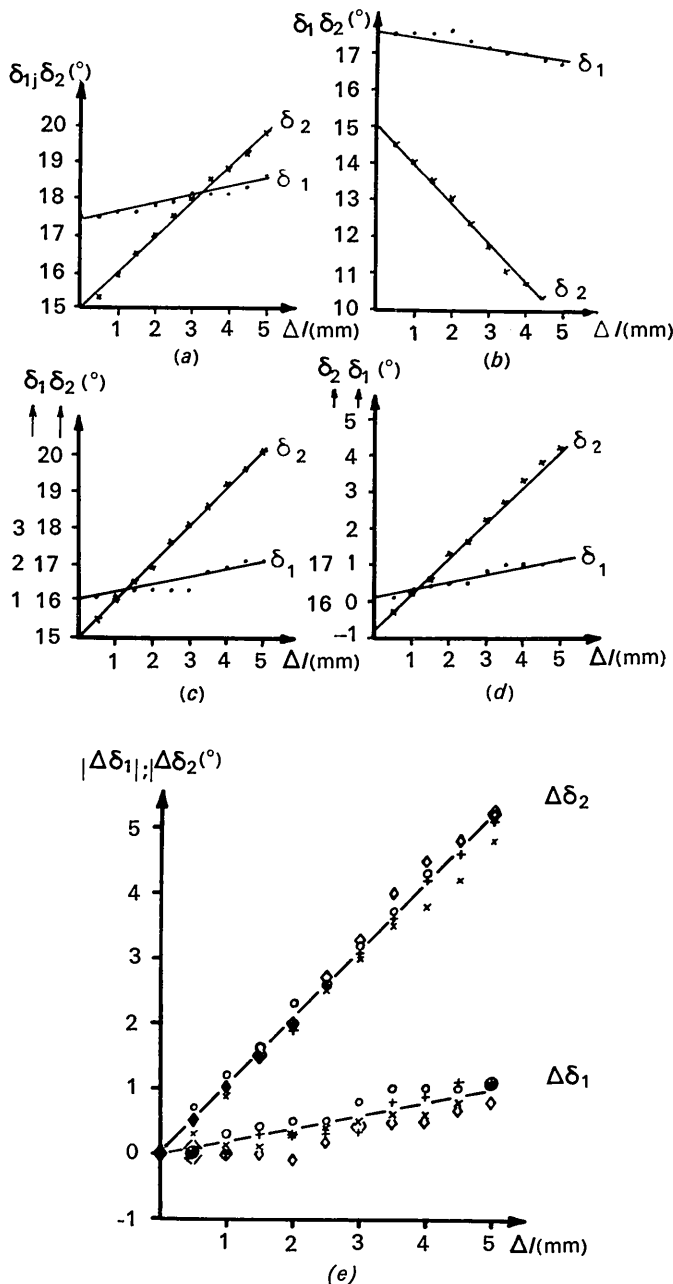


Fig. 2(a) bis (d). Graphische Darstellung der Grösse der von dem Gerät abgelesenen Winkel δ_1 (Bogen parallel zu *GPS*) und δ_2 (Bogen senkrecht zu *GPS*) in Abhängigkeit von dem durch Δl angegebenen Fehler in der Befestigung des entwickelten Films auf dem Gerät. (e) Darstellung der durch $|\Delta\delta_1|$ und $|\Delta\delta_2|$ ausgedrückten absoluten Beträge der Ungenauigkeiten in der Bestimmung von δ_1 und δ_2 in Abhängigkeit von Δl . Folgende Zeichen wurden für die einzelnen Fälle verwendet: Fall 2(a), \times ; Fall 2(b), \diamond ; Fall 2(c), $+$; Fall 2(d), \circ .

Bei Weissenbergkameras z.B. ist der Innendurchmesser der Filmkassette gelegentlich bis zu 60 mm vergrössert. Es wurde nachgeprüft, welcher Einfluss auf die zu ermittelnden δ -Werte zu erwarten ist, wenn Filme mit verschiedenen Filmdurchmessern im Gebiet zwischen 57,3 mm und 60,0 mm mit einem Justiergerät ausgewertet werden, dessen Messkopf auf Filme mit einem Durchmesser von 57,3 mm ausgelegt ist.

Dazu wurde von einem gut justierten Kristall ausgegangen. Von dieser Ausgangsstellung wurde der Kristall auf jedem der beiden Bögen des Goniometerkopfes, auf dem der Kristall montiert war, um grosse Beträge dejustiert. In dieser dejustierten Stellung wurde je eine Röntgenaufnahme mit einem Filmradius von 60,0 mm und anschliessend eine mit einem Filmradius von 57,8 mm gemacht, ohne dass zwischen den beiden Aufnahmen irgend etwas am Kristall verändert wurde. Beide entwickelten Röntgenfilme wurden nacheinander auf den Messkopf des Justiergerätes gespannt und die entsprechenden δ_1 - und δ_2 -Werte bestimmt. Diese Bestimmung erfolgte in der Weise, dass für jeden der beiden Filme zehn aufeinander folgende Einstellungen der Schattenbegrenzungslinie, Fig. 1.1, auf die in Frage kommende Linie von Reflexen vorgenommen wurden. Die Unabhängigkeit der Einzelmessung wurde dadurch erreicht, dass nach Abschluss jeder Einzelmessung die Schattenbegrenzungslinie durch willkürliches Bewegen der Bögen, Fig. 1.3 und 1.4 verschoben wurde und von dieser willkürlichen Ausgangsstellung der Schattenbegrenzungslinie ausgehend eine neue Einstellung vorgenommen wurde, ohne dass während dieses ganzen Messvorganges der betreffende Film auf dem Messkopf in seiner Lage verändert wurde.

In Tabelle 1 sind die Werte dieser Einzelmessungen und deren Mittelwerte und mittleren Fehler zusammengestellt. Es ergibt sich, dass die sich entsprechenden Mittelwerte der δ_1 - und δ_2 -Winkel für beide Filme in den gegenseitigen Fehlergrenzen liegen. Als endgültige Korrekturwerte wurden die Mittelwerte δ_1 und δ_2 (Tabelle 1) der je zwei aus 10 Einzelmessungen gemittelten δ_1 - und δ_2 -Werte angenommen und die ihnen entsprechenden, auf dem Goniometerkopf einzustellenden φ_1 und φ_2 -Werte aus der Korrekturtabelle entnommen (am Ende der Tabelle 1 angegeben). Die nach Einstellung dieser Werte durchgeführte Kontrollaufnahme ergab, dass sich der Kristall innerhalb der Fehlergrenzen des Gerätes wieder in justierter Stellung befand. Dieser experimentelle Sachverhalt zeigt, dass das Verfahren gegen eine geringe Veränderung des Filmradius relativ unempfindlich ist.

Verwechslung der Bögen

Die bisher gebauten Justiergeräte sind so konstruiert, dass der *untere* Bogen des Zweikreis-Goniometerkopfes während einer Schwenkaufnahme in der Mitte des Schwenkbereiches und während einer Konvergenzaufnahme in Ruhestellung senkrecht zum Primärstrahl stehen muss. Diese Bedingung hat keine Einschränkung

der Anwendbarkeit des Justiergerätes zur Folge (Kulpe, 1965). Sie muss aber beachtet werden. Verletzt man diese Bedingung z.B. in der Weise, dass nicht der untere sondern der obere Bogen des Goniometerkopfes während der Aufnahme senkrecht zum Primärstrahl steht, so können Fehler bei der Übertragung der vom Justiergerät abgelesenen Werte auf die Bögen des Goniometerkopfes entstehen. Fig. 3 veranschaulicht für den speziellen Fall $\delta_1 = 2\delta_2$ die Wirkung einer solchen Verwechslung in der stereographischen Projektion. Der Lauf des Schlittens auf dem oberen Bogen, der den Kristall trägt, ist als Funktion von δ_1 dargestellt, dabei gilt die gestrichelte Kurve für den Fall, dass der untere Bogen senkrecht zum Primärstrahl steht, die gepunktete Kurve für den Fall, dass der obere Bogen senkrecht zum Primärstrahl steht.

Man erkennt, dass im Gebiet kleiner Abweichungen aus der Nulllage – etwa bis 8° auf beiden Schlitten, was dem in Fig. 3 eingezeichneten Kreisgebiet in der Mitte der Figur entspricht – eine Verwechslung der Bögen keine merkliche Wirkung hat. Für grössere Abweichungen über 8° aus der Nulllage wirkt sich eine Verwechslung in fehlerhafter Justierung aus.

Die Bedingung, dass die gekreuzten Bögen eines Zweikreis-Goniometerkopfes während der Röntgenaufnahme wegen der vorgegebenen Konstruktion des Gerätes eine spezielle Stellung haben müssen, kann durch geeigneten Bau des Justiergerätes aufgehoben werden (Kulpe, 1965, 1968).

Systematische Korrektur der vom Justiergerät abgelesenen Winkel

Die Nachbildung der nicht ebenen Schnittkurve des Reflexkegels P_0KU , Fig. 4(a), einer nullten Schicht

mit dem Filmzylinder wird in dem zur Zeit in Benutzung befindlichen Justiergerät durch eine ebene Kurve S , Fig. 4(b) und Fig. 1.1, vorgenommen. Durch komplizierte mechanische Mittel könnte eine weitgehend exakte Nachbildung dieses Kegels und seiner Schnittkurve mit dem Zylinder erreicht werden. Die prakti-

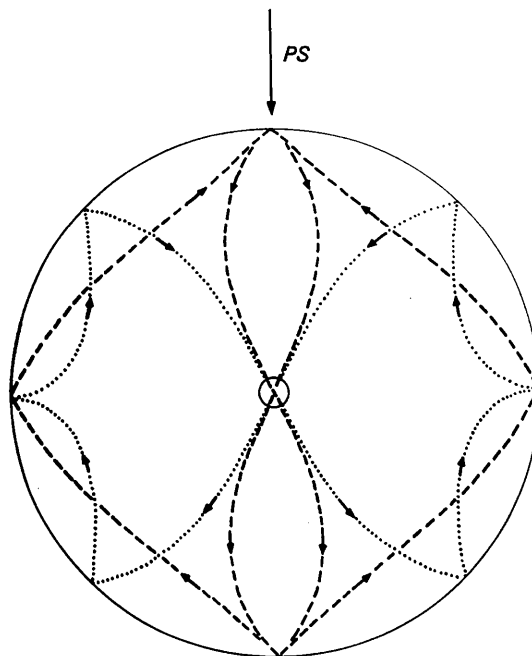


Fig. 3. Darstellung der Wirkung einer Verwechslung der Bögen des Goniometerkopfes relativ zu den Bögen des Justiergerätes für den speziellen Fall $\delta_1 = 2\delta_2$ in stereographischer Projektion. Erklärung siehe Text. ... unterer Bogen \parallel zum Primärstrahl; --- unterer Bogen \perp zum Primärstrahl.

Tabelle 1. Messwerte δ_1 und δ_2 von Röntgenaufnahmen mit Filmdurchmessern von 60,0 mm beziehungsweise 57,8 mm bei gleicher Dejustierungsstellung eines Kristalls.

Weitere Erklärung siehe Text.

Alle Zahlenwerte der Tabelle sind in ($^\circ$) angegeben.

	Filmzylinderdurchmesser			
	60 mm		57,8 mm	
	δ_1	δ_2	δ_1	δ_2
	17,3	15,0	17,2	14,7
	17,2	14,8	17,8	15,1
	17,4	14,8	17,6	15,6
	17,8	15,1	17,9	14,8
	18,0	14,5	17,7	14,9
	17,7	15,3	17,3	15,0
	17,4	15,2	17,3	14,7
	17,3	15,3	17,5	15,0
	17,8	15,5	17,0	15,1
	17,1	15,3	17,7	15,0
$(\Sigma\delta)/n \pm (\Sigma \Delta\delta)/n$	17,5 \pm 0,3	15,1 \pm 0,2	17,5 \pm 0,2	15,0 \pm 0,2
	$\pm \bar{\delta}_1$		$\pm \bar{\delta}_2$	
	17,5 \pm 0,3		15,05 \pm 0,2	
	φ_1		φ_2	
	16,2		13,7	

sche Anwendung hat jedoch gezeigt, dass die hier beschriebene, angenäherte und mechanisch relativ einfache Kurvennachbildung den Anforderungen voll entspricht, wenn man die gesetzmässige Abweichung z.B. durch Verwendung von tabellierten Korrekturwerten berücksichtigt, was keine Komplizierung der Methode verursacht.

Im folgenden werden die mathematischen Beziehungen angegeben, die eine Berechnung der Abweichungen und die Aufstellung entsprechender Tabellen gestatten.

Die Winkel, Fig. 4(a), (b), werden wie folgt bezeichnet:

δ_1 bzw. δ_2 am Justiergerät abgelesener Winkel für die Verkipfung parallel bzw. senkrecht zum Primärstrahl;

φ_1 bzw. φ_2 auf dem Goniometerkopf einzustellender Winkel auf dem Bogen parallel zum Primärstrahl bzw. auf dem Bogen senkrecht zum Primärstrahl.

Die Aufgabe besteht darin, die Winkel δ_1 und δ_2 in die Winkel φ_1 und φ_2 umzurechnen.

Es sei E ein orthogonales Koordinatensystem mit x in Richtung des Primärstrahls PS und z in Richtung

der Filmzylinderachse. E' sei ein um die Winkel δ_1 und δ_2 gegen E verkipptes System, Fig. 4(b). Hier liegt z' in Richtung der Flächennormale der Messebene des Justiergerätes, die durch die Kurve S [Fig. 4(b)] bestimmt wird. E'' sei um die Winkel φ_1 und φ_2 gegen E verkippt, Fig. 4(a). Hier liegt z'' in Richtung der Kegelachse, das heisst in Richtung der zu justierenden, charakteristischen Translationsperiode im Kristall.

Die Kegelgleichung im System E'' lautet:

$$\mathcal{C}_{E''} \cdot \mathcal{R}_{E''E''} \cdot \mathcal{C}_{E''} = 0.$$

Die Indizierung weist, wie auch im folgenden, auf das Koordinatensystem hin. $\mathcal{C}_{E''}$ ist der Ortsvektor vom Ursprung zum Punkt (x'', y'', z'') . Die Kegelmatrix

$$\mathcal{R}_{E''E''} = \begin{pmatrix} \tan^2 \varphi_1 & 0 & 0 \\ 0 & \tan^2 \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$

wird mittels der Versoren

$$\mathcal{T}_{EE''} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & 0 & \sin \varphi_1 \\ -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 \cos \varphi_1 \\ -\sin \varphi_1 \cos \varphi_2 & -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \end{pmatrix}$$

und

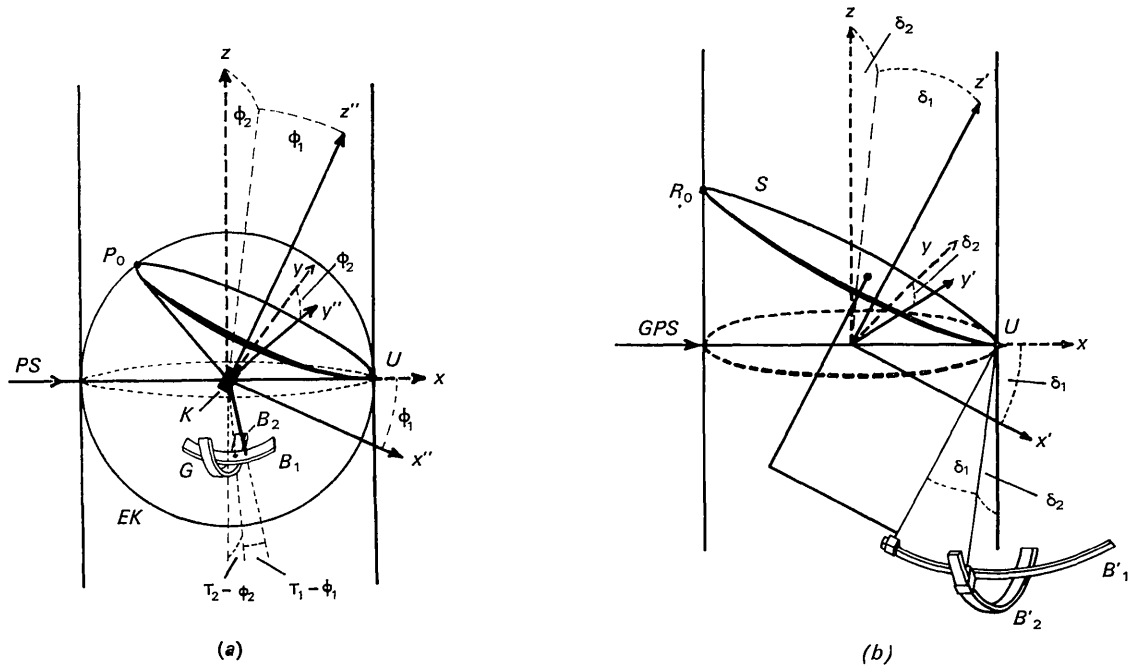


Fig. 4. Perspektivische Darstellung der relativen Lage der Koordinatensysteme, die den Korrekturrechnungen zugrunde liegen. (a) PS =Primärstrahl; K =Kristall; G =Goniometerkopf mit den gekreuzten Bögen B_1 und B_2 ; $\tau_1 - \varphi_1$ und $\tau_2 - \varphi_2$ =Verstellungen der Schlitzen auf den beiden Bögen aus ihren jeweiligen Nullstellungen im dejustierten Zustand des Kristalls; P_0KU =Reflexkegel einer nullten Schicht; U =Festpunkt dieses Reflexkegels, der mit dem Primärstrahl auf dem Film zusammenfällt; EK =Ewaldkugel; x, y, z =rechtwinklige Koordinaten, die mit dem Filmzylinder fest verbunden sind; x'', y'', z'' =rechtwinklige Koordinaten, die mit dem Reflexkegel fest verbunden sind, wobei z'' mit der Kegelachse zusammenfällt; φ_1 und φ_2 =Winkel auf den Bögen B_1' und B_2' , um die z'' von z abweicht. (b) GPS =gedachter Primärstrahl; B_1 und B_2 =gekreuzte Bögen auf dem Justiergerät; S =Schattenbegrenzungslinie wie Fig. 1.1; x', y', z' =rechtwinklige Koordinaten, die mit der Schattenbegrenzungslinie fest verbunden sind, wobei z' Normale derjenigen Ebene ist, in der die ebene Kurve S liegt; δ_1 und δ_2 =Winkel auf den Bögen B_1' und B_2' , um die z' von z abweicht; x, y, z =rechtwinklige Koordinaten, die mit dem transparenten Zylinder fest verbunden sind.

$\mathcal{T}_{E'E} = \tilde{\mathcal{T}}_{EE'}$ (transponierte Matrix)
 (es bedeutet $\mathcal{T}_{EE'}$ eine Drehung von E'' auf E) in
 das System E umgerechnet:

$$\mathcal{R}_{EE} = \mathcal{T}_{EE'} \cdot \mathcal{R}_{E'E''} \cdot \mathcal{T}_{E'E}$$

Daraus folgt

$$\mathcal{R}_{EE} = \begin{pmatrix} 0 & -\frac{A}{2} & -\frac{B}{2} \\ -\frac{A}{2} & C & -\frac{D}{2} \\ -\frac{B}{2} & -\frac{D}{2} & E \end{pmatrix}$$

wobei bedeutet:

$$A = \frac{\sin 2\varphi_1 \sin \varphi_2}{\cos^2 \varphi_1} \quad B = \frac{\sin 2\varphi_1 \cos \varphi_2}{\cos^2 \varphi_1}$$

$$C = \frac{\cos^2 \varphi_2 \sin^2 \varphi_1 - \sin^2 \varphi_2 \cos 2\varphi_1}{\cos^2 \varphi_1}$$

$$D = 2 \sin \varphi_2 \cos \varphi_2$$

$$E = \frac{\sin^2 \varphi_2 \sin^2 \varphi_1 - \cos^2 \varphi_2 \cos^2 \varphi_1}{\cos 2\varphi_1}$$

Mittels der Transformationsgleichung:

$$x^2 + y^2 = r^2$$

$$\arctan (y/x) = \alpha$$

$$z = h$$

wird die Kegelgleichung:

$$\mathcal{C}_E \cdot \mathcal{R}_{EE} \cdot \mathcal{C}_E = 0$$

auf Zylinderkoordinaten umgestellt:

$$Ar^2 \cos \alpha \sin \alpha + Brh \cos \alpha - Cr^2 \sin^2 \alpha + Drh \sin \alpha - Eh^2 = 0.$$

Für

$$r = r_0 = \text{const.} \quad (r_0 = \text{Zylinderradius})$$

erhält man die Schnittkurve $h_K(\alpha)$ zwischen Kegelmantel und Zylindermantel.

Die analoge Behandlung der Messebene des Justiergerätes mit dem Flächennormalenvektor in z' -Richtung und dem Versor:

$$\mathcal{T}_{EE'} = \begin{pmatrix} \cos \delta_1 & 0 & \sin \delta_1 \\ -\sin \delta_1 \sin \delta_2 & \cos \delta_2 & \sin \delta_2 \cos \delta_1 \\ -\sin \delta_1 \cos \delta_2 & -\sin \delta_2 & \cos \delta_1 \cos \delta_2 \end{pmatrix}$$

führt zur Beziehung:

$$h = P(1 - \cos \alpha) - Q \sin \alpha$$

mit

$$P = r \tan \delta_1 \cos^{-1} \delta_2; \quad Q = r \tan \delta_2,$$

wobei sich für $r = r_0 = \text{const.}$ die Schnittkurve $h_e(\alpha)$ zwischen Zylindermantel und Messebene ergibt.

Auf dem Justiergerät wird die Kurve $h_K(\alpha)$ der Reflexe auf dem Film mit der Kurve $h_e(\alpha)$, der Schattenbegrenzungslinie auf dem Zylinder des Gerätes, zur bestmöglichen Deckung gebracht. Dieser Forderung entsprechen in Analogie zur Methode der kleinsten Quadrate die Beziehungen:

$$\int_{-\pi}^{+\pi} [h_e(\alpha) - h_K(\alpha)] \frac{\partial h_e(\alpha)}{\partial \delta_1} d\alpha = 0 \quad (1)$$

$$\int_{-\pi}^{+\pi} [h_e(\alpha) - h_K(\alpha)] \frac{\partial h_e(\alpha)}{\partial \delta_2} d\alpha = 0 \quad (2)$$

wobei

$$\frac{\partial h_e(\alpha)}{\partial \delta_1} = \frac{r(1 - \cos \alpha)}{\cos^2 \delta_1 \cos \delta_2}$$

$$\frac{\partial h_e(\alpha)}{\partial \delta_2} = (1 - \cos \alpha) \frac{r \tan \delta_1 \tan \delta_2}{\cos \delta_2^2} - \sin \alpha \frac{r}{\cos^2 \delta_2}.$$

Mit den Abkürzungen:

Tabelle 2. Korrekturtablelle zur Umrechnung von δ_1 in φ_1 und δ_2 in φ_1

$\delta_1, \delta_2 =$ vom Justiergerät abgelesene Winkel in ($^\circ$).
 $\varphi_1, \varphi_2 =$ am Goniometerkopf einzustellende Winkel in ($^\circ$).

δ_2	δ_1	0	5	10	15	20	25	30
0	φ_1	0,0	5,0	9,8	14,2	18,3	21,9	25,1
	φ_2	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
5	φ_1	0,0	5,0	9,7	14,2	18,3	21,9	25,1
	φ_2	5,0	5,0	4,9	4,7	4,5	4,2	3,9
10	φ_1	0,0	5,0	9,7	14,2	18,2	21,9	25,1
	φ_2	10,0	9,9	9,7	9,4	8,9	8,4	7,8
15	φ_1	0,0	4,9	9,7	14,1	18,2	21,8	25,0
	φ_2	15,0	14,9	14,6	14,0	13,3	12,6	11,7
20	φ_1	0,0	4,9	9,6	14,0	18,1	21,7	25,0
	φ_2	20,0	19,8	19,4	18,7	17,8	16,7	15,6
25	φ_1	0,0	4,8	9,5	13,9	18,0	21,6	24,9
	φ_2	25,0	24,8	24,2	23,4	22,3	20,9	19,4
30	φ_1	0,0	4,7	9,3	13,7	17,8	21,5	24,9
	φ_2	30,0	29,8	29,1	28,1	26,7	25,1	23,3

$$F_c = \int_{-\pi}^{+\pi} h_k(\alpha) (1 - \cos \alpha) d\alpha \quad (3)$$

$$F_s = \int_{-\pi}^{+\pi} h_k(\alpha) \sin \alpha d\alpha \quad (4)$$

ergeben sich die Gleichungen:

$$P = \frac{F_c}{3\pi r_0} ; \quad Q = - \frac{\mathcal{F}_s}{\pi r_0}$$

woraus folgt:

$$\delta_1 = \arctan \left(\frac{F_c \cos \delta_2}{3r_0\pi} \right)$$

$$\delta_2 = \arctan \left(- \frac{F_s}{r_0\pi} \right).$$

Für diese Beziehungen wurde eine Korrekturtabelle für die Winkel $0^\circ \leq (\delta_1, \delta_2) \leq 40,5^\circ$ in Schritten von $0,5^\circ$ aufgestellt. Die Berechnung erfolgte mit Hilfe eines Computers vom Typ NE503 und kann auch für andere Bereichsgrenzen und Schrittweiten durchgeführt werden. Tabelle 2 gibt in Schritten von 5° (bis zu 30°) für δ_1 und δ_2 einen Überblick über den zahlenmässigen Zusammenhang zwischen den δ - und φ -Winkeln.

Diese Tabelle liefert die Korrekturwerte für die Fälle, in denen Reflexe bis zu grossen θ -Werten auf dem Film erkennbar sind, in denen also die optische Mittelung, die den Gleichungen (1) und (2) zugrunde liegt, tatsächlich von $\theta=0^\circ$ bis $\theta=\pm 90^\circ$ ausgeführt werden kann. In Fällen, in denen beobachtbare Reflexe nur bis zu θ -Werten reichen, die wesentlich kleiner als 90° sind, muss man berücksichtigen, dass die optische Mittelung Justierungsparameter liefert, die um geringfügig kleinere Beträge korrigiert werden müssen, als es sich aus Tabelle 1 ergeben würde. Die genauen Korrekturwerte erhält man durch entsprechende Einschränkung der in den Gleichungen (1) bis (4) angegebenen Integrationsbereiche.

Genauigkeit des Verfahrens

Bei Beachtung der oben beschriebenen Gesichtspunkte lässt sich mit dem Verfahren eine Justierungsgenauigkeit von $\mp 0,2^\circ$ erreichen.

Über die Vorzüge des Verfahrens ist an anderer Stelle ausführlich berichtet worden (Kulpe, 1963, 1968).

Schlussbemerkung

Die oben stehenden Ausführungen könnten insbesondere in ihrem mathematischen Teil den Eindruck erwecken, als hätte man es hier mit einem etwas komplizierten Verfahren zu tun.

Der durch die hier wiedergegebenen Formeln angedeutete mathematische Aufwand musste getrieben werden, um den quantitativen Zusammenhang zwischen den räumlichen gekrümmten Schnittkurven der Reflexkegel mit dem Filmzylinder und den vom Kristall-Justiergerät wirklich erzeugten ebenen Schnittkurven hinsichtlich einer optischen Mittelung zwischen beiden Kurven quantitativ darzustellen. Diese Zusammenhänge und die sich aus ihnen ergebenden Korrekturen beeinträchtigen die Tatsache nicht, dass das Kristall-Justiergerät einfach, schnell und relativ genau arbeitet. Die Korrekturen sind Gerätekonstanten. Ihre Berücksichtigung bei der praktischen Arbeit bewirkt lediglich, dass die Arbeit um einige Sekunden verlängert wird, nämlich um die Zeit, die erforderlich ist, um mit Hilfe der von den beiden Bögen des Justiergerätes abgelesenen Winkel-Werte aus der Tabelle die richtigen Winkel zu entnehmen. Die Erfahrung hat gezeigt, dass diese Korrektur in der Mehrzahl der Fälle, nämlich für relativ kleine Dejustierungen (bis 8°) nicht erforderlich ist. Ihre Vernachlässigung für grosse Winkelkorrekturen (bis zu 25° auf jedem Schlitten) macht unter Umständen zwei oder drei Justierschritte erforderlich.

Die Verfasser sind Herrn B. Schulz für seine experimentellen Arbeiten sowie Frau Professor Boll-Dornberger und Herrn Dr Kutschabsky für ihr förderndes Interesse und für kritische Hinweise sehr zu Dank verpflichtet.

Literatur

- KULPE, S. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 837.
 KULPE, S. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 976.
 KULPE, S. (1968). *J. Appl. Cryst.* **1**, 286.