

# Der Zählrohr-U-Tisch

Autor(en): **Riechert, Ludwig**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen  
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **46 (1966)**

Heft 1

PDF erstellt am: **08.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-36124>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

# Der Zählrohr-U-Tisch<sup>1)</sup>

Von *Ludwig Riechert* (Karlsruhe)<sup>2)</sup>

Mit 6 Textfiguren und 2 Tabellen

## Abstract

The orientation of very small cubic crystals in thin sections of rocks may be determined applying the counter-technique and a goniometer similar to the Universal-stage of the optics. The sphere of positions is systematically searched for certain reciprocal lattice-vectors with a primary beam having high aperture in one dimension.

## Zusammenfassung

Die Orientierung sehr kleiner kubischer Kristalle im Gesteinsdünnschliff kann mit einem Zählrohr-Röntgengerät bestimmt werden, das dem Universal-Drehtisch der Optik ähnlich ist. Dabei wird die Lagenkugel mit einem eindimensional weit geöffneten Bündel systematisch nach bestimmten Vektoren des reziproken Gitters abgesucht.

## PROBLEMSTELLUNG

Röntgenverfahren werden seit den ersten Laueschen Versuchen dazu verwendet, die Orientierung von Kristallen zu bestimmen. Besondere Methoden sind vornehmlich für drei praktische Zwecke entwickelt worden: die Textur- und Gefüge-Untersuchungen in Metallkunde und Petrographie und die Justierung von Einkristallen.

Die Texturbestimmung ist heute für Aggregate von Kristallkörnern kleiner als etwa 0,01 mm mit sogenannten Textur-Goniometern in sehr

---

<sup>1)</sup> Auszugsweise auf der 40. Jahrestagung der Deutschen Mineralogischen Gesellschaft im September 1962 in Würzburg vorgetragen.

<sup>2)</sup> Mineralogisches Institut der Technischen Hochschule Karlsruhe, jetzt: Mineralogisch-Petrographisches Institut der Universität Hamburg.

einfacher Weise möglich: Auf einem Röntgen-Zählrohr-Diffraktometer wird das Präparat langsam gedreht; die gebeugte Intensität eines Reflexes ist proportional zum Volumen der gerade für die Beugung richtig liegenden Körner. Dabei muss das für den Beugungsvorgang wirksame Volumen der Probe gross gegenüber dem Volumen der Einzelkörner sein, damit statistische Schwankungen der Intensität vermieden werden. Die Registrierkurve der Intensität lässt sich in die Belegungsdichte der Polfigur umzeichnen. Das Verfahren wird vornehmlich für die kubisch kristallisierenden Metalle angewandt, z. B. NEFF (1956). Es liefert keine eindeutigen Aussagen, wenn nur *ein* Reflex untersucht wird.

In grobkörnigeren Proben muss die Orientierung jedes Kornes einzeln bestimmt werden. Die statistische Aussage entsteht durch Eintragen genügend vieler Einzelmessungen in eine Polfigur. Derartige Messungen blieben bisher meist auf die Labebestimmung der Indikatrix nicht-kubischer Kristalle im (Gesteins-)Dünnschliff mit dem Universal-Drehtisch der Kristalloptik beschränkt. Der hier beschriebene Zählrohr-U-Tisch ermöglicht es, die Orientierung von Einzelkristallen, besonders auch kubischen, im Dünnschliff oder Anschliff durch Röntgenbeugung rasch, vollständig und sehr genau zu bestimmen, und zwar für Kristallitdurchmesser bis herab zu 0,05 mm. Damit kann die Textur wichtiger gesteinsbildender Mineralien bestimmt werden, auch wenn diese unregelmässig verteilt sind; ebenso lässt sich die Orientierungsverteilung in grösseren kubischen Kristallen, die möglicherweise bei der Gesteinsbildung durchbewegt worden sind, im einzelnen verfolgen. Das Verfahren ist im Gegensatz zum Texturgoniometer unempfindlich dagegen, ob zwischen den Kristalliten Fremdschubstanz vorhanden ist und ob diese oder verschieden orientierte Kristallite vom Primärstrahl mitgetroffen werden.

#### ORIENTIERUNGSBESTIMMUNG MIT RÖNTGENSTRAHLEN

Um die Orientierung von Kristallen röntgenographisch zu bestimmen, lassen sich zwei methodisch verschiedene Wege einschlagen.

1. Polychromatische Strahlung; es wird das ganze Laue-Bild eines einzelnen, während der Messung ruhenden Kristalles simultan aufgenommen.
2. Monochromatische Strahlung; es wird die Intensität eines einzelnen Reflexes verfolgt, während einzelne oder viele Kristalle im Röntgenstrahl bewegt werden.

Bei photographischer Aufzeichnung des Laue-Bildes ist der apparative Aufwand gering, dafür ist die Auswertung der Aufnahmen zeitraubend, weil nicht nur die Lage der Reflexe bestimmt werden muss, sondern für mindestens zwei auch die Indizierung. Für die Ausmessung von Laue-Aufnahmen kubischer Kristalle sind nomographische Hilfsmittel, meist in Verbindung mit der stereographischen Projektion, verwendet worden: von SCHIEBOLD und SACHS (1926) für Durchstrahlungen, auf denen viele Reflexe vermessen werden müssen, die schon indiziert sind, von GRENINGER (1935) für Rückstrahlungen, auf denen wenigstens zwei Reflexe indiziert sein müssen. MAJIMA und TOGINO (1927) haben für einfache Strukturen (kubisches F- und I-Gitter) einen Atlas verschieden orientierter Laue-Aufnahmen zum unmittelbaren visuellen Vergleich geliefert.

HERITSCH (1953) hat zur Orientierungsbestimmung wirteliger Kristalle optische und röntgenographische Messungen kombiniert. Die optische Achse wird auf dem Universal-Drehtisch gesucht und die Drehlage des Kristalles aus einer Laue-Durchstrahl-Aufnahme entnommen, welche in der gleichen Apparatur ausgeführt wird. Da die Laue-Aufnahmen hier immer hochsymmetrisch ausfallen, erübrigt sich das Indizieren und Vermessen vieler Reflexe. PAULITSCH (1962) hat in einer ähnlichen Anordnung, die Schwenken des Dünnschliffes um zwei Achsen ermöglicht, den Film durch eine Röntgen-Bildverstärkerröhre ersetzt, um das Laue-Bild sofort sichtbar zu machen. Das Präparat kann ohne Zuhilfenahme der Optik gezielt und messbar verschwenkt werden, bis das Laue-Bild die gewünschte Lage hat. Der Intensität wegen sollen sich nur Körner bis herab zu etwa 0,5 mm  $\varnothing$  vermessen lassen. Andere oder anders orientierte Kristalle im Primärstrahl erschweren die Durchführung der Messung.

Für die Messmethoden der zweiten Gruppe, soweit viele Kristalle simultan untersucht werden, ist kennzeichnend der von KRATKY (1930) aus dem Prinzip des Weissenberg-Goniometers entwickelte Apparat: Es wird ein Debye-Scherrer-Ring ausgeblendet und während der Aufnahme der Film synchron mit der Präparatdrehung bewegt; aus den Filmschwärzungen lässt sich die Häufigkeit bestimmen, mit welcher die entsprechende Kristall-Lage angenommen wird. WENK (1963) hat jetzt ein entsprechendes Gerät angegeben, in welchem Gesteins-Schliffe in „Reflexion“ untersucht werden können.

Röntgen-Zählrohrenrichtungen sind heute in den meisten Laboratorien vorhanden, das hat es nahegelegt, diese Apparate auch zur Orientierungsbestimmung (nach dem zweiten Prinzip) zu verwenden. VON

GEHLEN (1960) hat die Genauigkeit von Vielkristall-Bestimmungen mit dem schon erwähnten Texturgoniometer eingehend untersucht. Aber auch die Orientierung von Einzelkristallen wird mit Zählrohr-Anlagen untersucht. LEIGHTLY und McCUNE (1961) verwenden einen Aufsatz für ein handelsübliches Pulver-Diffraktometer, um durch Drehen und Schwenken eines grossen, plattigen Kristalles alle reziproken Gitterrichtungen vermessen zu können — als genau analoge Erweiterung des zweikreisigen (optischen) Reflexionsgoniometers. Da aber die Reflexe zunächst mit weitgeöffneten Bündeln gesucht werden müssen, damit die Suchzeiten kurz bleiben, und nur punktförmige Strahlenquellen zur Verfügung stehen, ist der Apparat nur für grössere Kristallplatten verwendbar. LESSMANN (1959) hat ein Gerät entwickelt, mit welchem bei festem Zählrohr die Orientierung in bestimmter Weise gedrehter Einkristallplatten aus der Form der Intensitätskurve mit hoher Genauigkeit bestimmt werden kann. Für Zwecke der Strukturbestimmung messen BOND (1955) und BENEDICT (1955) systematisch und punktweise die Beugungsintensität im reziproken Raum. Das Verfahren liefert nebenbei auch die Orientierung des Kristalles, wäre für diesen Zweck allein aber viel zu zeitraubend.

#### MESSPRINZIP DES ZÄHLROHR-U-TISCHES

Beim Zählrohr-U-Tisch wird davon ausgegangen, dass die Orientierung eines Kristalles vollständig bestimmt ist, wenn die Lage von zwei bestimmten Netzebenennormalen auf der Lagenkugel des Dünnschliffes bekannt ist. Auf dieser lassen sich dann leicht die letztlich gesuchten Winkel zwischen den Schliffkanten und wichtigen Richtungen des Kristalles ermitteln. Die Orientierung des Kristalles enthält drei linear unabhängige Bestimmungsstücke, die Messung liefert aber vier Winkelangaben, zwischen denen daher genau eine mathematische Beziehung bestehen muss. Diese lässt sich verwenden, um entweder die Messgenauigkeit zu verbessern (sie schützt zumindest vor groben Irrtümern), oder um das Messverfahren zu vereinfachen und zu beschleunigen.

Bei der Konstruktion des Zählrohr-U-Tisches ist davon Gebrauch gemacht worden, dass sich mit dem Strichbrennfleck handelsüblicher Röntgenröhren und einer engen Blende Strahlenbündel herstellen lassen, die zwar einen geringen Querschnitt besitzen, aber in einer Richtung eine weite Richtungsverteilung. Wird nun am Zählrohr eine entsprechende Strahleneintrittsöffnung vorgesehen, so gibt es auch eine ganze Vertei-

lung von Richtungen, in welchen eine Netzebenennormale des untersuchten Kristalles reflexionsfähig ist. Für die Lage des Strichbrennflekes der Röhre und damit der Richtungs-Auffächerung des Primärstrahles relativ zu der vom Gerät gegebenen Ebene aus Primärstrahl, Beugungsrichtung (und Netzebenennormale) gibt es dabei zwei Möglichkeiten:

- a) Der Strichbrennfleck liegt in dieser Ebene.
- b) Der Strichbrennfleck steht senkrecht dazu.

Die Möglichkeit a) ist weiterverfolgt worden; b) bietet, wie Kontrollversuche gezeigt haben, erwartungsgemäss etwa fünfmal höhere Beu-

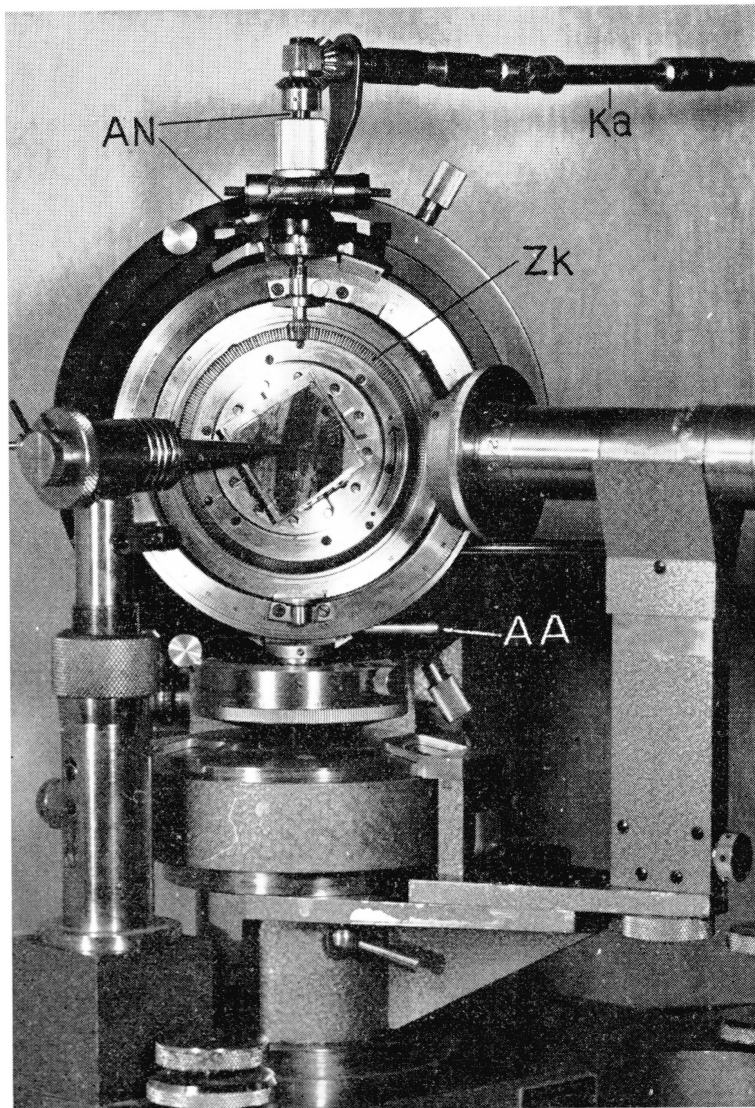


Fig. 1. Der Zählrohr-U-Tisch arbeitsbereit, aber ohne Röntgenröhre.

gungsintensitäten, so dass die Vermessung noch kleinerer Körner möglich wäre, schien jedoch konstruktiv schwerer zu lösen.

Der Zählrohr-U-Tisch, siehe Fig. 1, arbeitet mit „Reflexion“ der Röntgenstrahlen; es können also beliebig Dünn-, Dick- oder Anschliffe verwendet werden. Das Präparat befindet sich auf einem kleinen Kreuztisch, der abgenommen und mit gleicher Justierung unter ein Mikroskop gebracht werden kann. Dort wird das zu vermessende Korn visuell herausgesucht und eingestellt. Auf dem Zählrohr-U-Tisch muss das Korn K, siehe Fig. 2a, dann solange in einem durch die Blende P eng ausgeblendeten Röntgenstrahl verdreht und verschwenkt werden, bis für eine bestimmte Netzebenenschar (hkl) Reflexion eintritt. Zur Messung ist ein Zählrohr Z im Beugungswinkel  $2\theta_{hkl}$  aufgestellt. „Messrichtung“ des Gerätes ist die Winkelhalbierende zwischen Primärstrahl und Beugungsrichtung, in diese Messrichtung muss die gesuchte Netzebenennormale (hkl) gebracht werden. Oder, auf die Lagenkugel über dem Schliff bezogen: die Messrichtung muss mit dem Durchstosspunkt (hkl) zu Deckung gebracht werden.

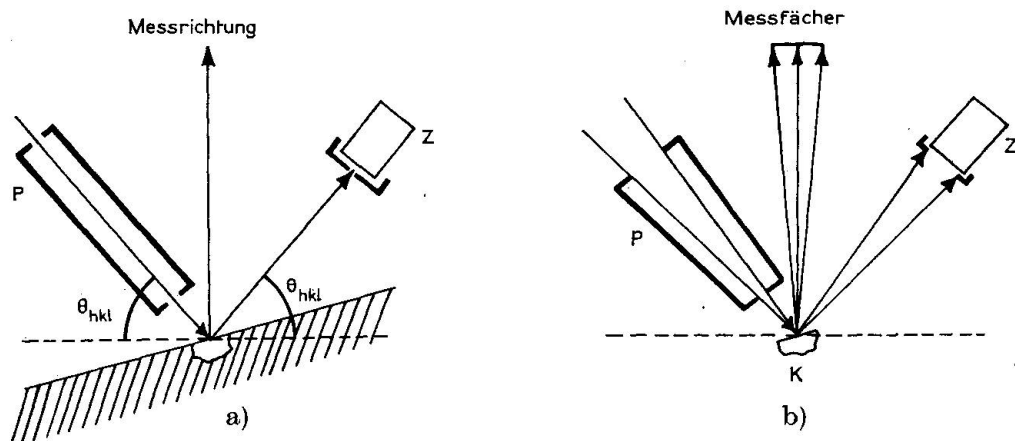


Fig. 2. Messprinzip: a) für eine Richtung, b) für eine strichförmige Anordnung.

P Primärstrahlblende, Z Zählrohr, K Kristallkorn.

In der vorgeschlagenen Anordnung wird nun eine eindimensionale Menge von Punkten der Lagenkugel, ein „Strich“, simultan abgesucht und als zweiter Schritt die Lage von (hkl) auf diesem Strich bestimmt. Das eine Diaphragma des Primärstrahl-Blendensystems wird möglichst dicht vor den Schliff gebracht: eine zylindrische Bohrung von 0,2 mm Durchmesser. Das andere, dicht vor der Röntgenröhre, ist „strichförmig“, etwa  $0,1 \times 10 \text{ mm}^2$ , siehe Fig. 2b. Wird das Gerät am Strichfokus einer

Röntgenröhre aufgestellt, so trifft das Präparat ein Bündel von etwa kreisförmigem Querschnitt, aber mit einer Richtungs-Auffächerung von etwa  $10^\circ$ . Das Zählrohr trägt einen in der Ebene des Strahlenfächers liegenden Einlassschlitz für die gleiche Winkelöffnung. Die Messrichtung ist zu einem „Messfächer“ geworden, die Netzebene (hkl) kann reflektieren, wenn ihre Normale irgendwo auf diesem Fächer liegt.

In der Nullstellung des Gerätes liegt die Normale Z des Schliffes in der Mitte des Messfächers, siehe die stereographische Projektion in Fig. 3.

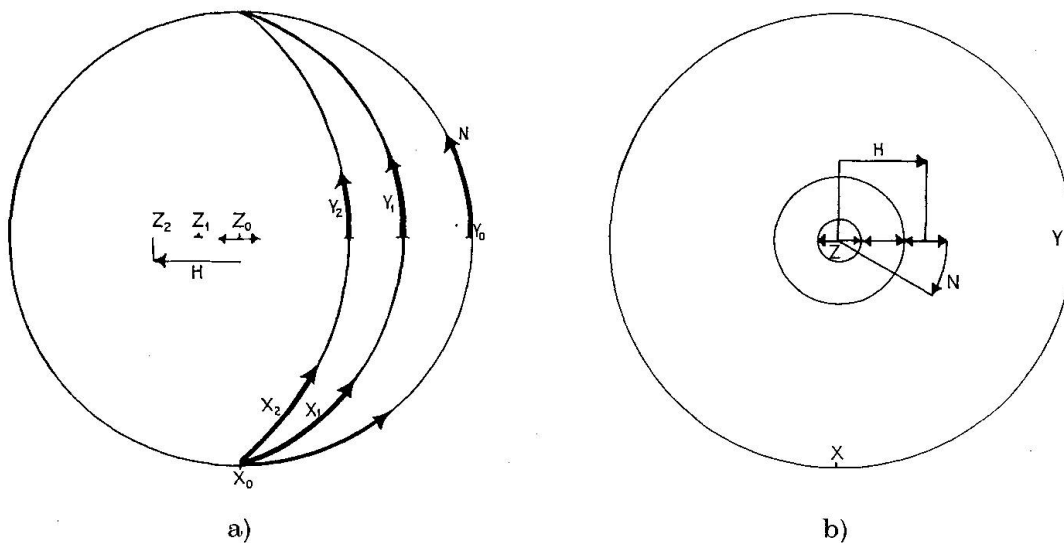


Fig. 3. Absuchen der Lagenkugel in stereographischer Projektion. a) Bezugssystem: Gerät, in der Mitte der Messfächer, b) Bezugssystem: Schliff.

x, y, z: Koordinaten-Achsen des Schliffes in drei Stellungen 0, 1, 2. N Drehwinkel, H Schwenkwinkel.

Nun wird der Schliff um seine Normale gedreht, Drehwinkel N („Normalachse“) des U-Tisches. Der Messfächer tastet dabei eine Kalotte der Lagenkugel des Schliffes ab. Wird dabei kein reflexionsfähiges (hkl) gefunden, so wird die Schliffnormale in der Ebene des Messfächers, d. i. auch die Beugungsebene, um den Winkel H („Horizontalachse“) des U-Tisches verschwenkt und dann der Schliff abermals um Z gedreht: der Messfächer tastet jetzt einen Kreisring der Lagenkugel ab. Verschwenken um H und Drehen (Winkel N) um Z werden wiederholt, bis Reflexion eintritt. Dann werden die Strichblenden für Primärstrahl und Zählrohr geschlossen („punkt“-förmiges Bündel), und durch Verschwenken um H wird der bisherige Messfächer abgetastet, bis (hkl) wieder reflektiert. Damit ist die Lage der ersten Kristallrichtung vermessen.



Zur vollständigen Orientierung muss noch ein Winkelfreiheitsgrad festgelegt werden: eine zweite Netzebenennormale muss in die Messrichtung gebracht werden. Wird eine zweite Netzebenenschar derselben kristallographischen Form  $\{hkl\}$  gewählt, so brauchen die Glanzwinkel  $\theta_{hkl}$  am Gerät nicht verstellt zu werden. Der Winkelabstand zweier Netzebenennormalen ist bekannt. Die gesuchte zweite muss auf einem Kegelmantel um die erste liegen, auf einem Kleinkreis bekannten Durchmessers um den Durchstosspunkt der ersten auf der Lagenkugel des

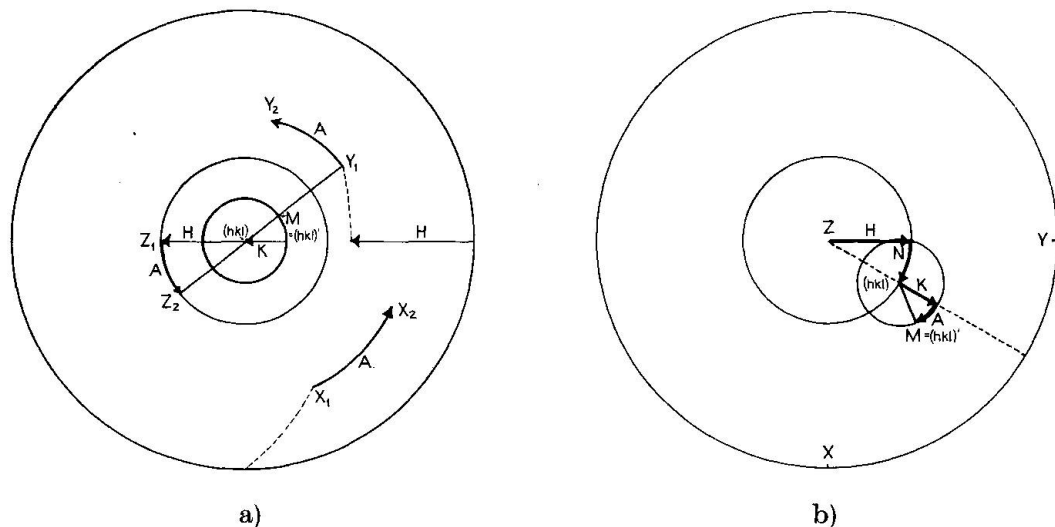


Fig. 4. Suchen der zweiten Netzebenennormale in stereographischer Projektion. a) Bezugssystem: Gerät, rechts oben von der Mitte die Messrichtung M, b) Bezugssystem: Schliff. A Drehwinkel, K Schwenkwinkel.

Schliffes ausstechen, vergleiche die stereographische Projektion in Fig. 4. Der Zählrohr-U-Tisch besitzt eine weitere Drehmöglichkeit A („Auxiliärachse“); das bereits gedrehte und verschwenkte Präparat kann um die jetzt in die Messrichtung gebrachte erste Netzebenennormale gedreht werden. Und schliesslich lässt sich diese Drehachse A, ähnlich wie zuvor die Schliffnormale Z, in der Ebene des Messfächers um beliebige Winkel K („Kontrollachse“) verschwenken. Zur Fortsetzung der Messung wird durch Verschwenken in K um den Winkelabstand der beiden Netzebenennormalen die schon gefundene so verschoben, dass ein Punkt des Abstandskreises mit der Messrichtung zusammenfällt. Drehen um A bringt spätestens nach einem ganzen Umlauf die zweite Netzebenenschar zur Reflexion. Die eigentliche Orientierungsaufgabe ist gelöst.

## AUFBAU DES GERÄTES

Die geforderten Bewegungsmöglichkeiten — zwei Drehteller, der innere verschwenkbar gegen den äusseren, der äussere verschwenkbar gegen das Gerät — entsprechen genau dem Aufbau des vierkreisigen Universal-Drehtisches der Optik. Diese genaue Übereinstimmung von mechanischem Aufbau und Untersuchungszweck war auch der Anlass, das hier beschriebene Gerät als „Zählrohr-U-Tisch“ zu bezeichnen. Für die in Fig. 1 wiedergegebene Ausführung des Gerätes wurde daher auch ein handelsüblicher U-Tisch umgebaut. Fest mit dem Gerätefuss verbunden ist die Primärstrahlblende. Senkrecht steht die sehr massive Achse, um die der Zählrohrarm und der L-förmige Träger (mit Winkelskala) für den eigentlichen U-Tisch drehbar sind. Der U-Tisch lässt sich zurückklappen, damit der kleine Kreutztisch mit dem Präparat zur optischen Einstellung des zu messenden Kornes ohne Behinderung durch die Blende herausgenommen werden kann. Der Antrieb des innersten Kreises um N erfolgt über ein Kegelrad und einen aufgeschraubten Zahnkranz (Zk in Fig. 1). Der äussere Kreis A muss dabei auf  $0^\circ$  stehen, damit die Drehbewegung durch die angebohrte Achse von K hindurch übertragen werden kann (AN in Fig. 1). Nach lösen dieser Verbindung kann der äussere Kreis K motorisch gedreht werden, dazu ist auf der Rückseite ein Schneckenring mit Schnecke aufgeschraubt worden, der Antriebsstutzen dafür ist AA in Fig. 1. Die Antriebsenergie wird über eine umsteckbare Kardanwelle Ka von einem umsteuerbaren Elektromotor mit stufenlos regelbarem Vorgelege geliefert. Die Verschwenkungen H und K sind über Schneckensegmente und stark untersetzte Steckschlüssel feineinstellbar gemacht worden. Die Zählrohrimpulse werden durch Lautsprecher und einen Mittelwertmesser angezeigt.

## MESSGENAUIGKEIT UND MESSEN

Die Winkeleinstellungen sind auf etwa  $1^\circ$  reproduzierbar. Die kleinsten vermessbaren Körner haben etwa 0,05 mm Durchmesser. Da die Röntgenbeugung an Einkristallen sehr scharf und intensiv ist, dürfte es möglich sein, die Anwendungsgrenzen des Gerätes erforderlichenfalls noch hinauszuschieben. Durch Verwendung von Hochleistungs- oder Feinfokus-Röntgenröhren mit höherer Leuchtdichte sowie empfindlicheren Strahlungsmessern und schliesslich Übergang zu dem eingangs unter b) angedeuteten anderen Messprinzip sollten Körner bis herab zu 0,01 mm

Durchmesser erfassbar sein, so dass dann Texturbestimmungen für alle Korngrößen möglich sind. Durch sorgfältige mechanische Konstruktion sowie schärferes Ausblenden wird eine Einstellgenauigkeit von  $0,1^\circ$  erreichbar sein. Das Arbeitsprinzip des Gerätes bietet ferner die Möglichkeit, die Orientierungsmessung an grösseren Mengen von Einkristallindividuen durch elektronische Steuerung vollständig zu automatisieren.

Um die mittlere Suchzeit nach dem ersten Reflex möglichst klein zu machen, wird zweckmässigerweise eine allgemeine Form  $\{hkl\}$  gewählt, weil dann die Wahrscheinlichkeit, auf einem Flächenelement der Lagenkugel eine Netzebenenormale zu finden, wegen der grösseren Flächenzahl am grössten ist. Für ein solches  $\{hkl\}$  ist ferner zu diskutieren, ob die Orientierungsmessung mit dem Gerät auch im ungünstigsten Falle ausführbar ist. Die beiden Teller des U-Tisches können niemals weiter aus der Nullstellung verschwenkt werden, als bis die Summe der Verschwenkungen  $H + K = \theta_{hkl}$  ist; in diesem Fall müsste die Schliffoberfläche bereits entweder im Primärstrahl liegen oder das Strahleneintrittsfenster am Zählrohr gerade verdecken. Zur Vermeidung dessen sowie damit Primärstrahl beziehungsweise gebeugter Strahl nicht zu flach zur Schliffoberfläche stehen, muss für die grösste Gesamtverschwenkung des Präparates gelten

$$H + K \leq \theta_{hkl} - 5^\circ.$$

$K$ , die Verschwenkung des äusseren Ringes, ist durch den Winkelabstand zwischen zwei Flächennormalen der Form  $\{hkl\}$  festgelegt.  $H$  kann im ungünstigsten Fall der Radius des grössten Kleinkreises sein, der sich auf der Lagenkugel ziehen lässt, ohne einen Flächenpol von  $\{hkl\}$  zu enthalten. Für die Laue-Klasse  $O_h - \frac{4}{3} \frac{2}{m}$  ist im Anhang hergeleitet worden, dass die grössten von  $\{hkl\}$  leeren Kreise entweder um  $\{100\}$  oder um  $\{110\}$  oder um  $\{111\}$  liegen. Vor Beginn der Messung sind daher für  $h \geq k \geq l$  sowohl der Winkel  $\delta_{hkl}$  zwischen  $(hkl)$  und der nächstbenachbarten Flächennormalen als auch  $\varphi_{hkl}$ , der grösste Winkel zwischen  $(hkl)$  einem der Punkte  $(100)$ ,  $(110)$  beziehungsweise  $(111)$  zu bestimmen. Die Messung ist nur durchführbar, wenn

$$\delta_{hkl}^\circ + \varphi_{hkl}^\circ \leq \theta_{hkl}^\circ - 5^\circ$$

ist.  $\varphi_{hkl}$  ist am kleinsten, wenn  $h : k : l \approx 1 : 0,41421 : 0,31784$  möglichst gut erfüllt ist. Besitzen die zu orientierenden Kristalle einen entsprechenden Reflex, der nicht zu schwache Beugungsintensität liefert, so kann durch Wahl der Röntgenwellenlänge der Beugungswinkel meist genügend gross gemacht werden.

Tabelle 1. *Beispiel: Messergebnis*

Schliff Nr. III, grosses Granatkorn. (842), CuK $\alpha$ .

Koordinaten auf dem Schliff		Gemessene Winkeleinstellungen in Bogengrad					
y (mm)	x (mm)	N	H	A	K		
-3,5	+3,0	248,3	+3,0	325,5	-18,0		
-3,5	0	252,2	+2,2	332,8	-17,8		
-3,5	-3,0	251,5	+2,0	332,8	-17,8		
-2,5	-3,0	250,5	+2,2	334,0	-17,7		
-2,5	-1,5	251,0	+2,2	334,5	-17,7		
-2,5	0	250,0	+2,2	334,0	-17,8		
-2,5	+1,5	250,5	+2,2	334,5	-17,8		
-2,5	+2,5	250,5	+2,2	333,0	-17,8		
-2,5	+4,4	250,5	+2,2	331,3	-17,8		
0	+4,5	250,5	+2,2	332,0	-17,5		
0	+2,5	103,0	-2,3	123,0	-17,5		
0	0	103,0	-2,3	122,0	-17,2		

Tabelle 2. *Beispiel: Granat, Auswahl geeigneter Reflexe*

{h k l}	h : k : l	nächst benachbarter Reflex	weitest entfernter Punkt	Entfernung $\varphi$	Abstand $\delta$ zweier Reflexe	$\varphi + \delta$	$\theta_{Cu}$	$\theta_{Co}$	$\theta_{Cr}$	Bemerkungen
6 4 2	1 : 0,667 : 0,333	$\left\{ \begin{matrix} 6 & 2 & 4 \\ 4 & 6 & 2 \end{matrix} \right\}$	(1 0 0)	36° 42'	21° 47'	58° 29'	30,1°	35,6°	41,6°	ungeeignet
8 4 2	1 : 0,5 : 0,25	8 2 4	(1 0 0)	29° 12'	17° 45'	46° 57'	37,8°	45,4°	48,0°	geeignet mit Cr-Strahlung
8 5 3	1 : 0,625 : 0,375	$\left\{ \begin{matrix} 8 & 3 & 5 \\ 8 & 4 & 6 \end{matrix} \right\}$	(1 0 0)	36° 05'	16° 25'	52° 30'	41,5°	50,3°	79,6°	geeignet mit Cr-Strahlung
8 6 4	1 : 0,75 : 0,5	6 8 4	(1 0 0)	42° 02'	15° 05'	57° 07'	46,1°	56,8°	—	ungeeignet
10 4 2	1 : 0,4 : 0,2	10 2 4	(1 1 1)	32° 31'	14° 50'	47° 21'	47,1°	58,3°	—	geeignet mit Co- u. Cu-Strahlung
10 6 4	1 : 0,6 : 0,4	10 4 6	(1 0 0)	35° 48'	13° 10'	48° 58'	55,6°	73,3°	—	koinzidiert mit 12 2 2
10 8 4	1 : 0,8 : 0,4	8 10 4	(1 0 0)	41° 00'	12° 05'	53° 05'	63,9°	—	—	koinzidiert mit 12 6 0
12 6 2	1 : 0,5 : 0,167	12 6 $\bar{2}$	(1 1 1)	31° 40'	16° 58'	48° 38'	65,2°	—	—	geeignet mit Cu-Strahlung
10 9 3	1 : 0,9 : 0,3	9 10 3	(1 0 0)	43° 20'	5° 55'	49° 15'	67,3°	—	—	geeignet mit Cu-Strahlung
12 8 2	1 : 0,667 : 0,167	12 8 $\bar{2}$	(1 0 0)	34° 30'	15° 48'	50° 18'	77,0°	—	—	koinzidiert mit 14 4 0
irrational	1 : 0,4142 : 0,3178	h 1 k	$\left\{ \begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \end{matrix} \right\}$	27° 34'	6° 55'	34° 29'	—	—	—	günstigstes Index-Verhältnis

Versuchs-Messungen sind an sehr grossen Granatkristallen in einem Glimmerschiefer gemacht worden; in Tabelle 1 ist das Ergebnis einer solchen Messung als Beispiel angegeben<sup>3)</sup>. Im übrigen soll hier nur über die Erfahrungen mit dem Gerät berichtet werden. In Tab. 2 sind als Beispiel für die Vorbereitung von Messungen die für Granat geltenden Angaben zusammengestellt. Die Vermessung eines Kornes beziehungsweise Punktes dauert zwischen 5 und 10 Minuten.

#### AUSWERTUNG DER MESSERGEBNISSE

Die Auswertung der Messergebnisse geschieht am einfachsten graphisch mit der stereographischen Projektion. Das Vorgehen ist dem beim Suchen nach den beiden Reflexionsrichtungen auf der Lagenkugel genau entgegengesetzt. Wenn die erste Reflexionsrichtung gefunden ist, lässt sich in der Projektion die Lage von  $(hkl)$  und dem Koordinatensystem  $xyz$  des Schliffes relativ zueinander angeben, siehe Fig. 5. Die Messung

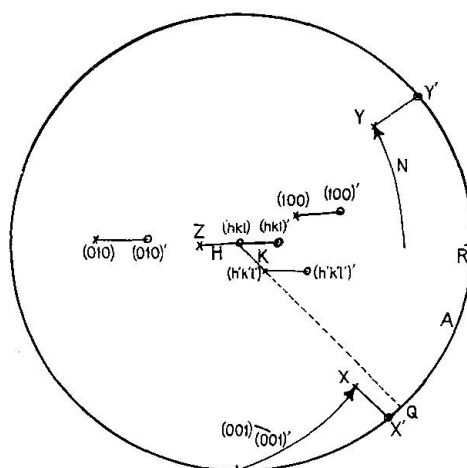


Fig. 5. Auswertung eines Messergebnisses: kubisch 842.

$$N = 40^\circ, H = 20^\circ, A = 45^\circ; (K = 18^\circ).$$

des zweiten Reflexes ( $h'k'l'$ ) gibt an, welchen Winkel  $A$  der Grosskreis  $z$ - $(hkl)$  mit dem Grosskreis  $(hkl)$ - $(h'k'l')$  bildet.

Dementsprechend wird eine „Standard“-Projektion angefertigt: genau im Mittelpunkt sticht  $(hkl)$  aus. Ferner sind in dessen Umgebung diejenigen  $(h'k'l')$  eingetragen, die für den zweiten Reflex in Frage kom-

<sup>3)</sup> Herr Professor Rost in Saarbrücken war so freundlich, die Spezialschliffe in seinem Institut anfertigen zu lassen.

men können, sowie die vierzähligen Achsen oder sonstigen Richtungen, deren Orientierung angegeben werden soll. Auf ein darübergerlegtes Blatt Transparentpapier werden die beim Auswerten der Einzelmessung benötigten Punkte durchgezeichnet, ferner der Punkt Q des Grundkreises, der vom Halbmesser (hkl)-(h'k'l') getroffen wird, vergleiche Fig. 5. Der Punkt  $R = Q + A^\circ$  auf dem Grundkreis wird von dem Durchmesser geschnitten, welcher die Schliffnormale z enthält;  $z - R = 90^\circ + H^\circ$ . Die Schliffkanten x und y liegen auf dem zu z senkrechten Grosskreis, y ist von dem Schnitt mit z - R um  $N^\circ$  entfernt. Damit ist die Lage von Schliff- und Kristallrichtungen eingetragen. Nun wird auf dem Wulffschen Netz die Projektion so „gewälzt“, dass z im Mittelpunkt liegt. Dann können für die interessierenden Richtungen Winkelabstände oder geographische Koordinaten abgelesen werden.

Es ist leicht zu sehen, wie die Mess- und Auswertemethoden auch auf nicht kubische Kristalle angewendet werden können, insbesondere auch, wenn die Orientierungsbestimmungen zum Teil nicht röntgenographisch ausgeführt werden.

#### Schlussbemerkung

Herrn Professor Jagodzinski danke ich sehr für die Anregung zu dieser Arbeit, Herrn Professor Matthes in Würzburg für die Beistellung des petrographischen Beispielsmaterials. Die Arbeiten wurden zum Teil im Max-Planck-Institut für Silikatforschung in Würzburg durchgeführt, dessen Werkstatt unter Herrn Feinmechanikermeister E. Schedel auch das Gerät gebaut hat. Alle anderen verwendeten Apparate sind Leihgaben der Deutschen Forschungsgemeinschaft, für deren Hergebe hiermit gedankt wird.

#### ANHANG: ÜBER FLÄCHENPOLFREIE KREISE AUF DER LAGENKUGEL KUBISCHER KRISTALLFORMEN

Beim Arbeiten mit dem Zählrohr-U-Tisch werden Kreisflächen auf der Lagenkugel nach einem Flächenpol (hkl) abgesucht. Für die höhersymmetrische kubische Laue-Klasse  $O_h - \frac{4}{m} \sqrt{3} \frac{2}{m}$  werden hier Radius  $\varphi_{hkl}$  und Lage des grössten Kleinkreises, der keinen Pol von {hkl} enthält, als Funktion von h, k, l angegeben. Für den vorliegenden Zweck ist eine gesonderte Betrachtung der Laue-Klasse  $T_h - \frac{2}{m} \sqrt{3}$  überflüssig; dort sind {hkl} und {khl} verschiedene kristallographische Formen, weil keine vierzähligen Achsen vorhanden sind. Wenn aber die zugehörigen Beugungsintensitäten beide nicht zu schwach sind, wird bei der Messung zwischen beiden Formen nicht unterschieden.

Wäre die Lage des Kristalles bekannt, so genügte es, das von Spiegelebenen begrenzte „asymmetrische Dreieck“ (100)-(110)-(111) abzusuchen, siehe Fig. 6, wenn ein Pol (hkl) gesucht wird. Ein dagegen verschoben liegendes kongruentes Kugeldreieck erfüllt den gleichen Zweck im allgemeinen nicht: die beim Verschieben aus dem Dreieck entlassenen Flächenelemente sind mit den neu aufgenommenen nicht symmetrisch gleichwertig. Für die Diskussion allerdings genügt es, alle im asymmetrischen Dreieck liegenden Punkte (hkl) zu betrachten. Für diese gilt  $h \geq k \geq l$ ;  $h, k, l$  reell.

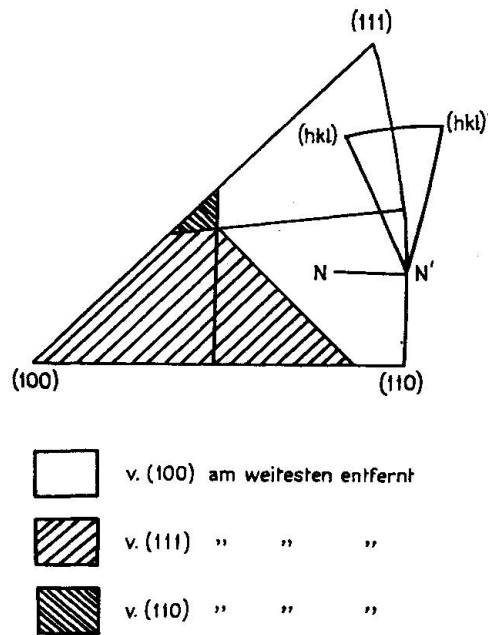


Fig. 6. „Asymmetrisches“ Dreieck in  $\frac{4}{m} \sqrt{3} \frac{2}{m}$ ; Bereiche grösserer Entfernung von einem der Eckpunkte.

Nun gilt die Behauptung: Es sei ein beliebiger Aufpunkt N und ein beliebiges (hkl) im asymmetrischen Dreieck, dann gibt es keinen Abstand von N nach einem anderen Pol (hkl)' von hkl (also ausserhalb des asymmetrischen Dreiecks), der kleiner als N-(hkl) wäre. Beweis: Wenn N' irgendwo auf einer Seite des asymmetrischen Dreiecks liegt, so ist das von (hkl), (hkl)' und N' gebildete Dreieck g gleichschenkelig, weil die Seiten des asymmetrischen Dreiecks von Spiegelebenen erzeugt werden, vergleiche Fig. 6. Zu jedem Punkt N im Inneren des asymmetrischen Dreiecks gehört ein N' als Fusspunkt des Lotes von N auf die Seite. Geht die Ecke N' von g nun nach N über, so wird der Winkel bei (hkl)' kleiner, der bei (hkl) grösser. Da beide Winkel spitz sind, gilt nach dem Sinussatz

das gleiche für die gegenüberliegenden Seiten. Wird der Winkel bei  $(hkl)$  dabei grösser als  $90^\circ$ , so bleibt trotzdem die Ungleichung des Sinussatzes erhalten, weil das Komplement dieses Winkels grösser ist als der Winkel bei  $(hkl)'$ .

Es müssen also nur alle Punkte  $N$  innerhalb und auf dem Rande des asymmetrischen Dreiecks daraufhin geprüft werden, welcher den grössten Abstand zu einem beliebig vorgegebenen  $(hkl)$  hat. Das gibt aber unmittelbar die Lösung der Aufgabe: Der am weitesten entfernte Punkt ist einer der drei Eckpunkte. Der Mittelpunkt der grössten auf der Lagenkugel möglichen Kleinkreise, der keinen Flächenpol von  $\{hkl\}$  enthält, ist einer der drei Eckpunkte  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  oder  $\{111\}$  der asymmetrischen Kugeldreiecke.

In Fig. 6 sind die Bereiche, die von je einer der Ecken grösseren Abstand haben als von den beiden anderen, durch verschiedene Schraffur kenntlich gemacht. Sie werden durch die Mittelsenkrechten als Örttern gleichen Abstandes von zwei Eckpunkten abgeteilt. Analytisch ergibt sich mit Schreibung der  $h, k, l$  als Vektor-Koordinaten aus der Skalarmultiplikation:

- a)  $(hkl)$  näher  $(100)$  als  $(110)$ , wenn  $h(\sqrt{2}-1) > k$ ,
- b)  $(hkl)$  näher  $(100)$  als  $(111)$ , wenn  $h(\sqrt{3}-1) > (k+1)$ ,
- c)  $(hkl)$  näher  $(110)$  als  $(111)$ , wenn  $(h+k)(\sqrt{\frac{3}{2}}-1) > 1$ .

Die Definition der drei Bereiche folgt daraus durch logische Kombination. Für die drei Fälle ergibt sich dann:

1.  $(100)$  am weitesten von  $(hkl)$  entfernt:

$$\cos \varphi_{hkl} = h/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

2.  $(110)$  am weitesten von  $(hkl)$  entfernt:

$$\cos \varphi_{hkl} = (h+k)/\sqrt{2}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

3.  $(111)$  am weitesten von  $(hkl)$  entfernt:

$$\cos \varphi_{hkl} = (h+k+1)/\sqrt{3}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

Der Sonderfall, dass alle drei Abstände gleich sind, macht  $\varphi_{hkl}$  zum Minimum und gibt damit den günstigsten Fall („kleinstmöglicher grösster flächenpolfreier Kleinkreis“). Analytisch ergibt sich das irrationale Koordinatenverhältnis  $h : k : l = 1 : (\sqrt{2}-1) : (\sqrt{3}-\sqrt{2})$ .



## Literatur

- BENEDICT, T. S. (1955): A Single Crystal Automatic Diffractometer II. *Acta Cryst.* 8, 747.
- BOND, W. L. (1955): A Single Crystal Automatic Diffractometer I. *Acta Cryst.* 8, 741.
- VON GEHLEN, K. (1960): Die röntgenographische und optische Gefügeanalyse von Erzen, insbesondere mit dem Zählrohr-Texturgoniometer. *Beitr. Min. Petr.* 7, 340.
- GRENINGER, A. B. (1935): A Back-Reflection Laue Method for determining Crystal Orientation. *Z. Kristallogr.* 91, 424.
- HERITSCH, H. (1953): Röntgenuntersuchungen an Schriftgraniten. *Tschermaks Min. Petr. Mitt.* (3. Folge) 3, 126.
- KRATKY, O. (1930): Ein Röntgenoniometer für die Polykristalluntersuchung. *Z. Kristallogr.* 72, 529.
- LEIGHLY, H. P., Jr. und McCUNE, R. A. (1961): An Apparatus for the Orientation of Single Crystals. *Norelco-Reporter* 8, 35.
- LESSMANN, H.-D. (1959): Präzisionsverfahren mit Zählrohr-Goniometer zur vollständigen Orientierung von Einkristallen. *Z. Kristallogr.* 111, 94.
- MAJIMA, M. und TOGINO, S. (1927): The Radiograph of a Crystal having the Face-centered Cubic Lattice. *Sci. Pap. Inst. Phys. Chem. Res. Tokyo* 7, p. 75. The Radiograph of a Crystal having the Body-centered Cubic Lattice. *Ibid.* p. 259.
- NEFF, H. (1956): Ein neues Zählrohrgoniometer für die Texturbestimmung an Blechen. *Z. Metallkunde* 47, 646.
- PAULITSCH, P. (1962): Die Laue-Methode für Reihenuntersuchungen. Symposium „Neue Fortschritte zur experimentellen und theoretischen Methodik der Kristallstrukturforschung“. München.
- SCHIEBOLD, E. und SACHS, G. (1926): Graphische Bestimmung der Gitterorientierung von Kristallen mit Hilfe des Laue-Verfahrens. Gesetzmässiges Wachstum von Aluminiumkristallen bei der Rekristallisation. *Z. Kristallogr.* 63, 34.
- WENK, H.-R. (1963): Eine Gefüge-Röntgenkamera. *Schweiz. Min. Petr. Mitt.* 43, 707.

Manuskript eingegangen am 21. Oktober 1965.