

### 3. Korrektur der **Meßergebnisse** der diffusen Streuung

#### 3.1. Ideale und nichtideale Streubedingungen

In der Theorie geht man von idealen Streubedingungen aus:

- Probe klein
- Probe vollständig im Strahl
- Detektor sehr weit von der Probe entfernt
- homogenes, paralleles, einfallendes Strahlenbündel

Unter diesen idealen Bedingungen läßt sich der differentielle Wirkungsquerschnitt  $d\sigma/d\Omega$  ohne Korrekturen bestimmen.

Nichtideale Streubedingungen:

Da man von diesen idealen Streubedingungen in der Praxis abweichen muß, ist es nicht möglich, ohne Korrekturen den differentiellen Wirkungsquerschnitt anzugeben. Für die Vermessung der Bragg-Peaks gelingt es noch relativ einfach, sich diesen idealen Bedingungen zu nähern: Da es sich um intensive Strukturen von  $d\sigma/d\Omega$  handelt, ist man weder auf große bestrahlte Probenvolumina noch auf große Detektorspalte angewiesen. Auch kann man den Primärstrahl auf Kosten der Intensität soweit einengen, daß er genügend homogen und parallel ist. Durch den sehr kleinen **Kristall**, den man verwenden **kann**, ist auch der Winkel  $\vartheta_1$  **genau bestimmt**. **Um aber** die relativ geringe Intensität der diffusen Streuung (s. z.B. Abb.16/17, dort erkennt man deutlich, daß die diffuse Streuung viel schwächer ist als die Bragg-Peaks.) mit sinnvoller Genauigkeit messen zu können, muß man von diesen idealen Bedingungen abweichen.

Wie wird das Meßergebnis durch die. in der Praxis vorliegende", nichtideale" Streubedingungen **gestört?**

- Große Probe -> a) Absorption in der Probe ist nicht mehr vernachlässigbar: Schwächung des Primär- und Sekundärstrahls in Abhängigkeit von Proben- und Detektorwinkel

b) Mehrfachstreuung: Schwächung bzw. Verstärkung der gestreute" Intensität in schwer überschaubarer Art und Weise

- Nicht das gesamte Probenvolumen im Strahl -> N, die Zahl der zur Streuung beitragenden Elementarzelle" ist nicht genau bekannt.

- Detektor nahe an der **Probe** ->

a)  $\vartheta_1$  nicht eindeutig festgelegt

b)  $d\Omega$  relativ groß und damit  $\vartheta_1$ -Auflösung relativ gering

- Kein exakt homogener und paralleler Primärstrahl ->

$\vartheta_1$  und  $\vartheta_2$  nicht eindeutig festgelegt

Die beiden letzten Punkte stören bei den Messungen der diffusen Streuung wenig, da sie nur die Auflösung der **Apparatur** beschränken. Dies ist aber bei der diffusen Streuung unwesentlich, da es sich um Strukturen handelt, die im reziproken Raum wenig variieren. Die beide" erste" Punkte hingegen bedingen, daß man nicht direkt  $d\sigma/d\Omega$  messe" kann, sondern nur

$$G_{1.7} \quad I = F * d\sigma/d\Omega$$

Mit F: eine noch zu bestimmende Gerätefunktion

### 3.2. Korrekturmöglichkeiten bei nichtidealen Streubedingungen

#### 3.2.1. Korrektur an den Bragg-Peaks

Da die theoretische Intensität der Peaks bekannt ist, ist es möglich durch Vermessen der integralen Peakintensität auf die Gerätefunktion  $F$  rückzuschließen. In der  $C^*/B^*$ -Ebene wurden solche Peakvermessungen durchgeführt. Es wurde dabei immer über ein  $10 \times 10$  Raster um die Peaks die Intensität gemessen und aufsummiert. Auch die sorgfältigste Durchführung der Messungen führte zu keinen zuverlässigen Resultaten. Man muß feststellen, daß die aufgetauchten Schwierigkeiten nicht in der zur Verfügung stehenden Zeit in den Griff zu bekommen sind. Die Messungen der diffusen Streuung in der  $C^*/B^*$ -Ebene (s. z.B. Abb.11) zeigen eine gute Punktsymmetrie bezüglich des Ursprungs des reziproken Raums. Es müßte daher auch  $F$ , gewonnen aus Eichmessungen an den Peaks, diese Punktsymmetrie aufweisen. Dies ist aber nicht der Fall. Als mögliche Gründe für diese Inkonsistenz sind zu nennen:

- Beim Vermessen der Peaks läßt es sich nicht vermeiden, daß ein Teil der diffusen Strahlung mit in den Detektor gelangt.
- Die Peaks sind sehr scharf und bedürfen einer sehr guten Justierung der Probe. Es ist fraglich, ob dies bei der Befestigung der Probe im Plastilin immer der Fall war. (Andere, stabilere Befestigungsmethoden sind bei dem sehr empfindlichen Kristall äußerst problematisch.)
- Theoretisches Problem: Ist der Kristall so im Strahl, daß ein scharfer Reflex auftritt, so wird der Primärstrahl im Kristall zugunsten des Sekundärstrahls abgeschwächt, und verliert daher im Kristall viel schneller an Intensität, als dies bei der diffusen Steuung der Fall ist. Es tritt das Problem der primären Extinktion auf, was z.B. bedeuten kann, daß an der Vorderseite des Einkristalls nahezu die gesamte einfallende Intensität gestreut wird, und die hinteren Teile des Kristalls gar nicht mehr bestrahlt werden.

### 3.2.2. Geometrisches Modell

Neben dem Versuch, die diffuse Streuung an den Peaks zu korrigieren, wurde auch mit geometrischen Modellen gearbeitet. In Abb.29 und Abb.30 sind zwei mögliche geometrische Fälle gezeichnet. Abb.29 zeigt den Fall A, bei dem das Überlappungsgebiet von Primärstrahl und dem Bereich, der vom Detektor erfaßt wird, vollständig in der Probe liegt. A, die zur Streuung beitragende Fläche (schraffiert), ist somit nur eine Funktion von  $\vartheta_1$  (Detektorwinkel). Abb.30 zeigt den Fall B, bei dem der Primärstrahl im Vergleich zur Probe sehr schmal ist. Der Detektor erfaßt einen Bereich, der die Probe vollständig einschließt. Die zur Streuung beitragende Fläche A hängt nur von  $\vartheta_2$  (Probenwinkel) ab. Die Geometrie der verwendeten Probenstückchen und die Apparateaflösung ergeben einen Fall, der zwischen A und B liegt. Eine exakte geometrische Korrektur ist daher schwierig. Aus diesen geometrischen Modellen kann man das zur Streuung beitragende Volumen und die Länge der Absorptionswege im Kristall ablesen. Durch eine relativ einfache Formel kann man so eine Abschätzung über die Gerätefunktion F bekommen:

G1.8

$$F = \exp(-\alpha x_1) * \exp(-\alpha x_2) * A(\vartheta_1, \vartheta_2)$$

mit: F : Gerätefunktion entsprechend 61.7  
 $x_1 = x_1(\vartheta_1)$  : Absorptionsweg des Primärstrahls  
 $x_2 = x_1(\vartheta_1, \vartheta_2)$  : Absorptionsweg des Streustrahls  
A = A( $\vartheta_1, \vartheta_2$ ) : Die zur Streuung beitragende Fläche  
 $\vartheta_2$  : Probenwinkel  
 $\vartheta_1$  : Detektorwinkel  
 $\alpha$  : Absorptionskoeffizient des Kristalls

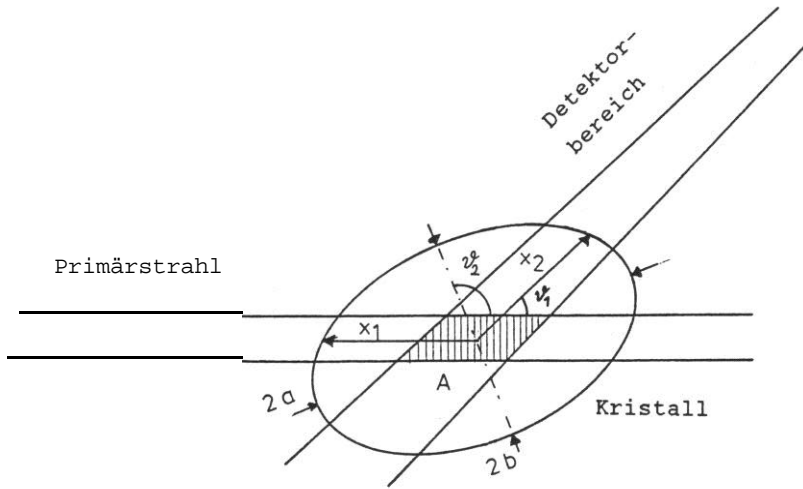


Abb.29  
Geometrisches Modell A zur Berechnung der Gerätefunktion F. Die Draufsicht des Probenkristalls wird vereinfachend als Ellipse angenommen ( $a$ ,  $b$  große und kleine Halbachse).  $x_1$ ,  $x_2$ : Absorptionswege in der Probe: A (schraffiert): die zur Streuung beitragende Probenfläche.

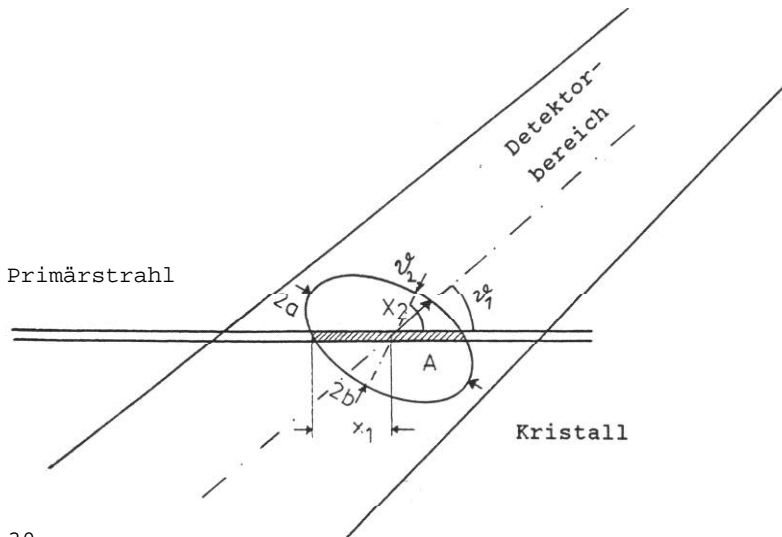


Abb.30  
Geometrisches Modell B zur Berechnung der Gerätefunktion F. Die Draufsicht des Probenkristalls wird vereinfachend als Ellipse angenommen ( $a$ ,  $b$  große und kleine Halbachse).  $x_1$ ,  $x_2$ : Absorptionswege in der Probe: A (schraffiert): die zur Streuung beitragende Probenfläche.

Auch diese geometrischen **Überlegungen** ließen keine eindeutige Möglichkeit der Korrektur erkennen. Man müßte bereits bei der Durchführung der Messungen darauf achten, daß sehr gut definierte geometrische Verhältnisse vorliegen. Die besten Ergebnisse konnten noch mit Modell **B** (Abb.30) erzielt werden. Ein Schnitt durch die **C\*/B\*-Ebene** zeigt eine Asymmetrie der gemessenen Intensitäten (Abb.31). Multipliziert man die gemessenen Werte mit **F** aus Modell **B**, so kommt man **zu** einer symmetrischen **Kurve** (Abb.32).

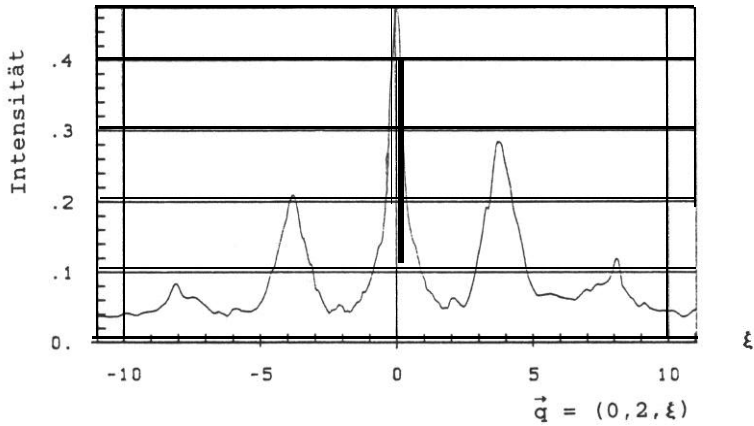


Abb. 31  
Schnitt durch die Messung nach Abb.11 (ohne Korrektur). Die Kurve ist nicht symmetrisch. Dies ist durch die Gerätefunktion F bedingt. (Vergl. Abb.32)

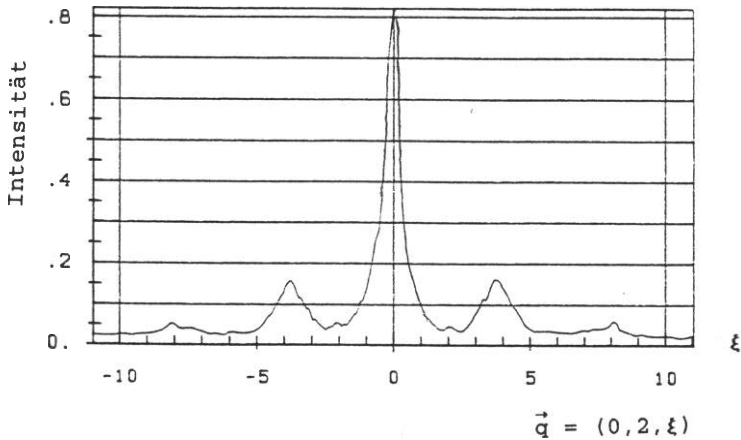


Abb.32  
Schnitt durch die Messung nach Abb.11 (mit Korrektur). Aufgetragen ist der mit der Gerätefunktion F, wie sie aus dem geometrischen Modell B (Abb.30: mit  $a/b=4$ ) gewonnen wurde, multiplizierte Meßwert. Man erkennt, daß die Kurve symmetrisch ist.

# Diffuse X-ray scattering on molecular crystals

Richard Schubert, diploma work, 84 pages, 51 figures, University of Bayreuth / Germany, Oct. 1987

## Abstract

The diffuse X-ray scattering of 2,3-dimethyl-naphtalene has been measured in all three scattering planes. Overview measurements show two distinct kinds of diffuse scattering. First, there is a diffuse scattering which is observed over wide areas of the reciprocal lattice. It is caused by the practically statistical orientation of the molecules in the lattice (up/down). Comparing the measurement results with many calculated scattering diagrams an average statistical tilt of the molecules could be derived. The second kind of diffuse scattering is concentrated near the Bragg peaks. Analyzing these areas, it was possible to derive first values of the scale length of local lattice distortions. These local lattice distortions are caused by the statistical orientation of the molecules. X-ray measurements do not allow to determine, whether the scattering is elastic or inelastic. Elastic scattering is linked to static distortions, inelastic scattering to dynamic distortions (phonons). Comparing the results with diffuse-elastic neutron scattering measurements, which have been performed by another collaborator of the institute, the static nature of the lattice distortions could be verified. Thus, an essential assumption of the used model could be confirmed.

whole text, in German:



This PDF-file has been created by OCR. If you have any doubts about the correct conversions of indices etc. you might want to consult the original scanned paper also provided online in the publication list indicated below.

R. Schubert has started up his own business in Berlin in January 2002 and can currently be contacted at:

fon: +49 30 / 6120 1336

mobile: +49 172 / 3235121

[www.schubertconsulting.de](http://www.schubertconsulting.de)

[rs@schubertconsulting.de](mailto:rs@schubertconsulting.de)

Further material relating to non-contact sensing and microwave measurement can be found in the publication list (papers: 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 18):

[http://www.stereoscopicsscanning.de/Portrait/portrait\\_links.html](http://www.stereoscopicsscanning.de/Portrait/portrait_links.html)

Some of the papers are available online others are available upon request.