

## 1. Einleitung

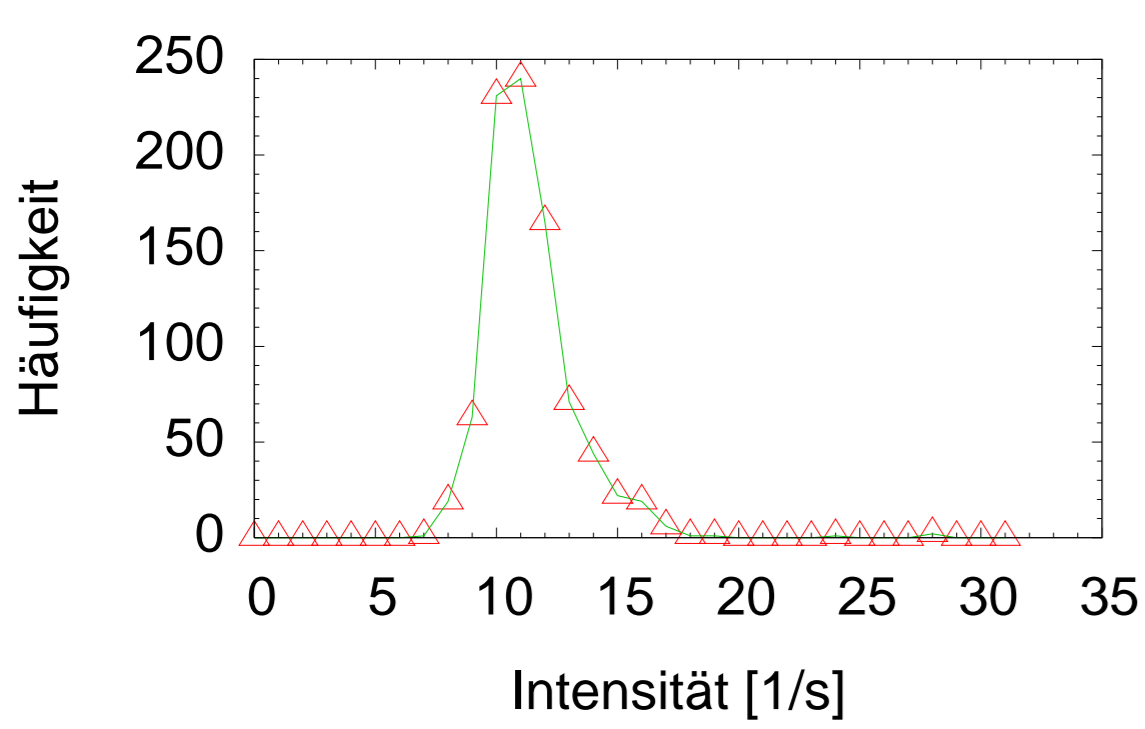
Flächendetektoren liefern bei der Röntgenbeugung eine Vielzahl von Reflexen innerhalb relativ kurzer Zeit. Alle dem Autor bekannten Programme zur Integration der Reflexe beruhen auf der matrixfesten Integration an vorhergesagten Positionen mit fest eingestellter Integrationsfigur. Dies schafft Probleme bei Abschattungen bestimmter Bereiche der Platte, bei unterschiedlichen Profilformen aufgrund z.B. anisotroper Mosaizität sowie bei der Integration von Quasikristall-Daten.

Es wird ein Programm vorgestellt, welches zur Integration einzig statistische Kriterien zur Bestimmung der Reflexprofilform sowie der integralen Intensität verwendet. Zentraler Bestandteil ist eine stabile Methode der pixelweisen Untergrundbestimmung, welche es zuverlässig ermöglicht, Pixel, welche signifikant über dem Untergrund sind, zu erkennen. Nach anschließender Bestimmung der Metrik und Orientierung des Kristalls können den Beugungsobjekten nun  $h\ k\ l$  zugeordnet und eine SHELXL-hklf4 Datei geschrieben werden.

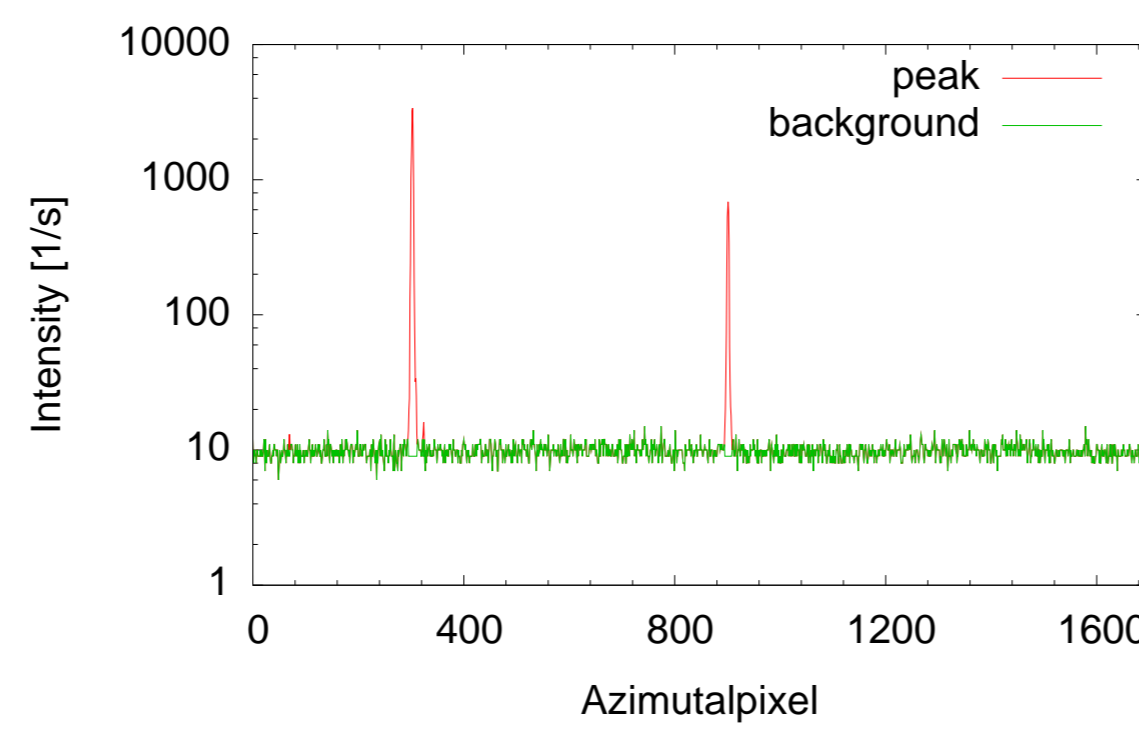
Mit Hilfe dieses Programms wurde sowohl Einkristalldaten von L-Asparagin und Grossular mit zum Teil belastbareren Ergebnissen ausgewertet, als auch Daten an verzwilligtem Mikroklin erfolgreich integriert. Hierbei konnte die Überbestimmung von 2.5 auf 43.5 erhöht werden. An einem Mehrling unbekannter Struktur konnte diese erfolgreich verfeinert werden.

## 2. Untergrund-Bestimmung

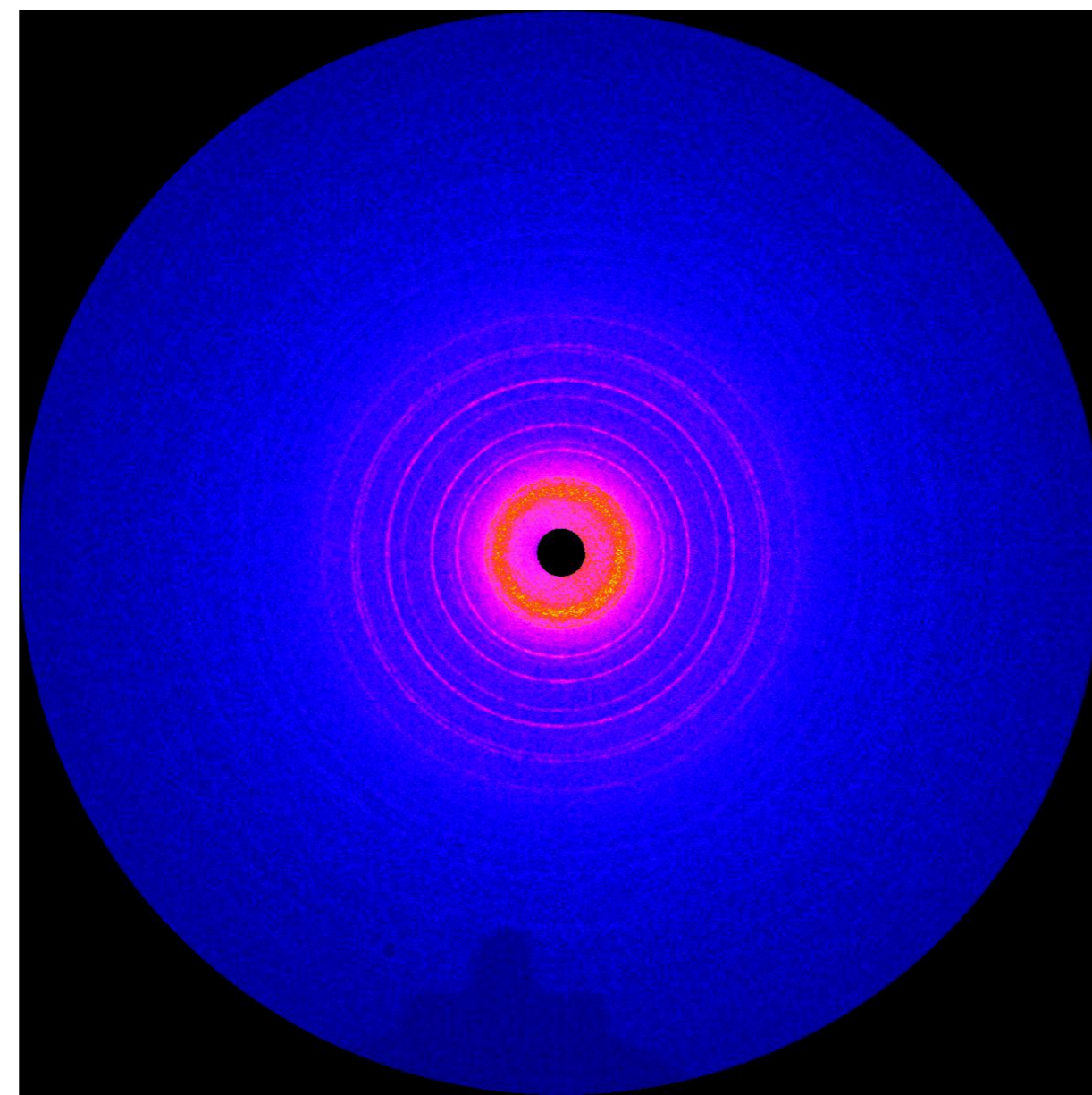
Histogramm der Zählraten im Untergrund



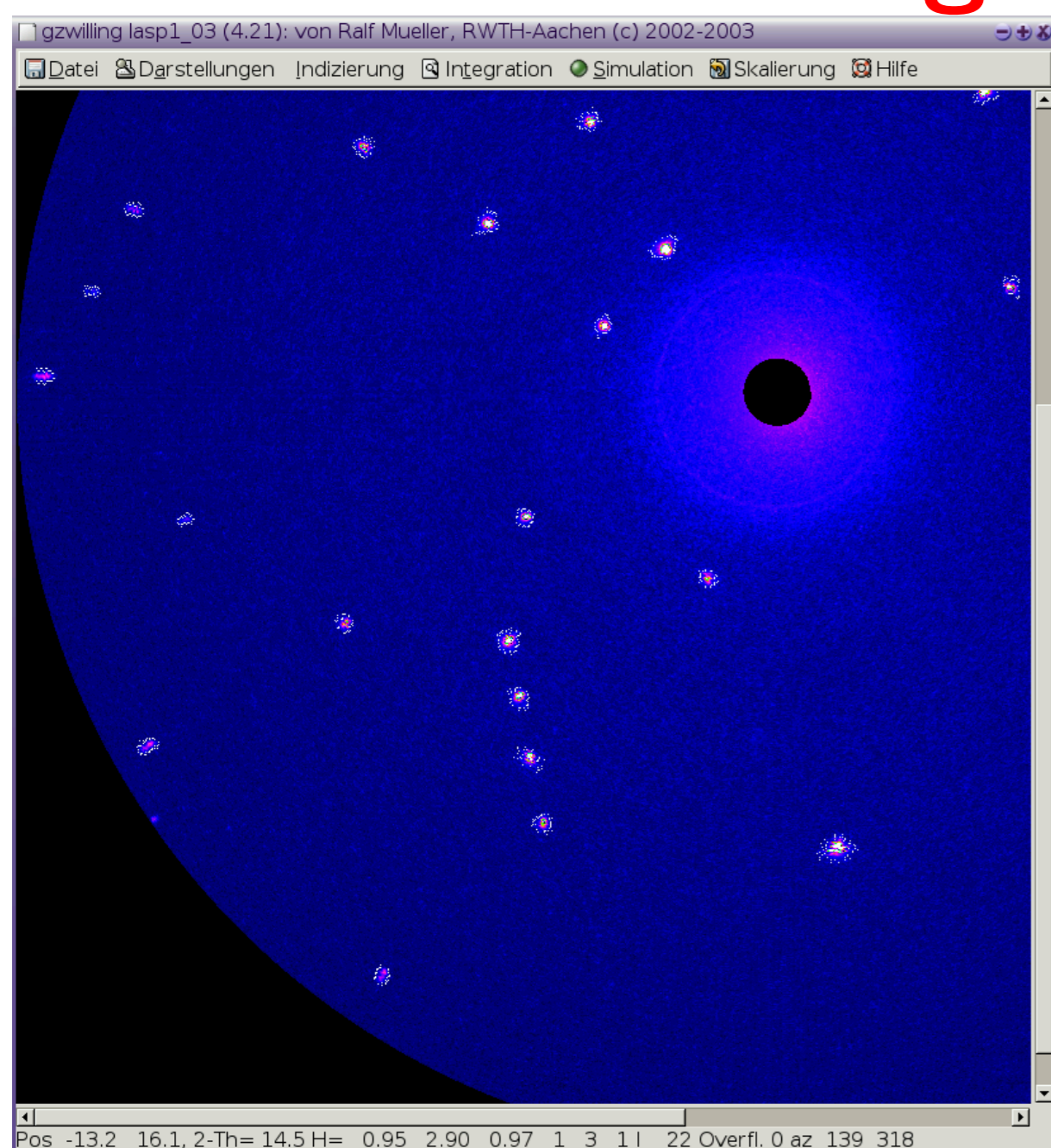
Azimutal-Scan mit erkanntem Untergrund



- Von jeder Stelle  $i$  werden jeweils  $N$  Punkte links und rechts davon entfernt die Intensität und das dazugehörige  $\sigma$  (Halbwertsbreite des Histogramms bei diesem Radius) bestimmt und die Differenz mit der Intensität an der Stelle  $i$  gebildet.
- Ist die Differenz auf einer der beiden Seiten größer als  $2\sigma_{I_i}$ , so liegt  $i$  vermutlich im Reflex.
- Die Intensität an der Stelle  $i$  wird auf den Mittelwert gesetzt.
- Die Position  $i$  wird durch den gesamten Reflexbereich geschoben.
- Für eine spätere  $\sigma_I$ -Bestimmung ist es notwendig, immer sowohl die Original-Daten, als auch die Untergrund-Daten im Speicher zu behalten.

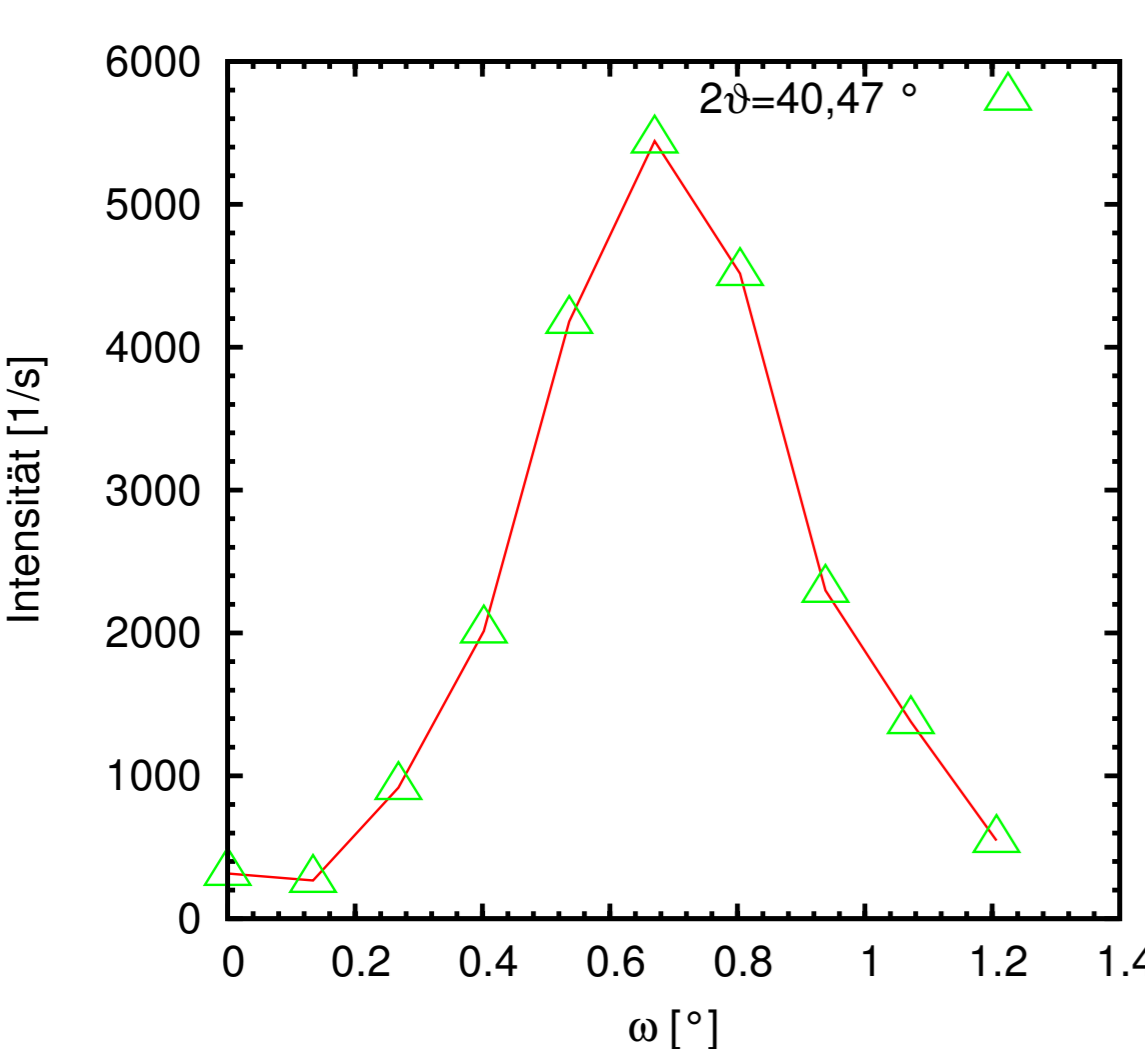


## 3. Matrixfreie Integration

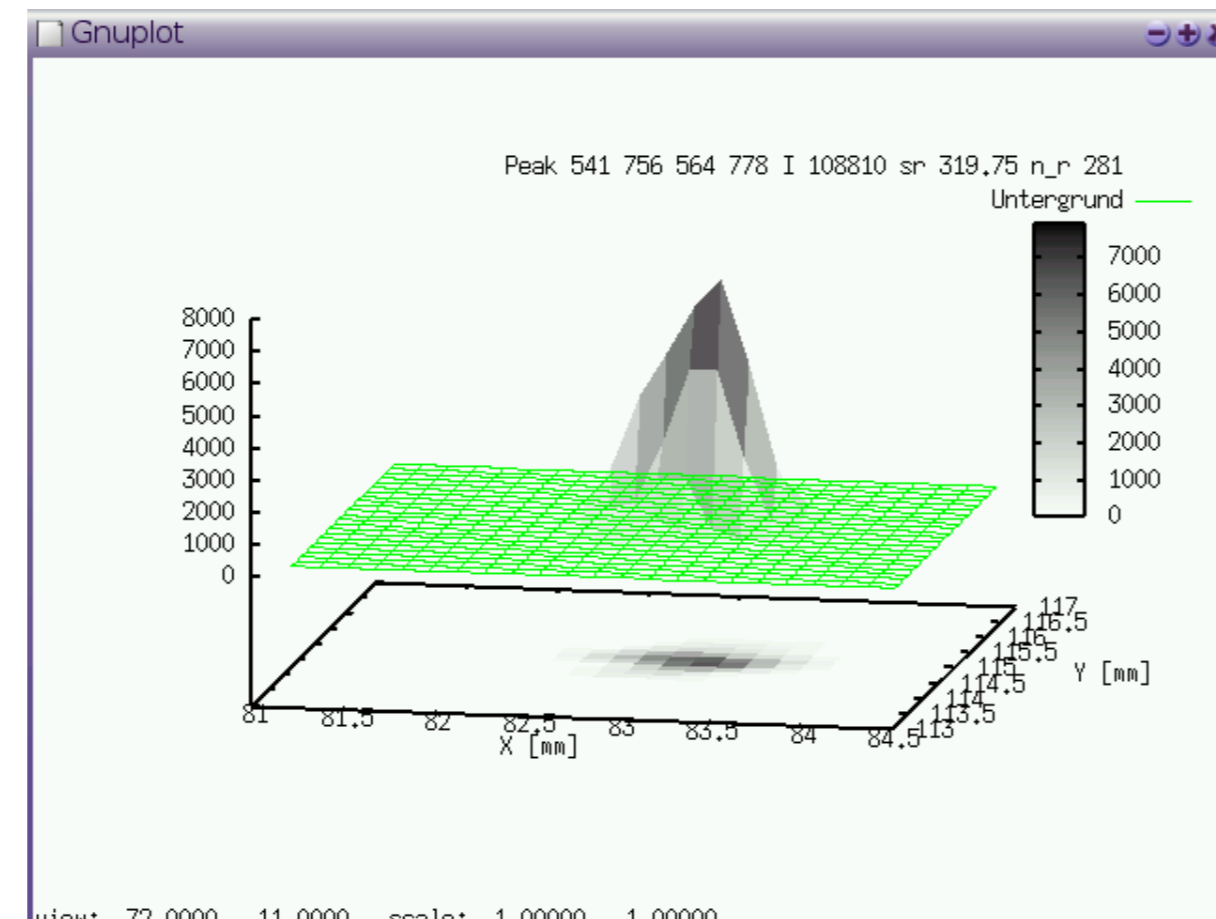


- Startend von der Maximum-Position wird auf einem Azimutalscan die Breite solange vergrößert, bis keine signifikante Intensität mehr zu finden ist.
- Dieser Vorgang wird nun an den benachbarten Positionen entlang radialer Richtung wiederholt bis auch dort keine signifikante Intensität mehr zu finden ist.
- Die Integrationsfigur hat also auf jedem Radius-Wert zwei Parameter, die nicht voneinander abhängen.

Radial integrierender „Omega-Scan“



3D-Darstellung in gnuplot

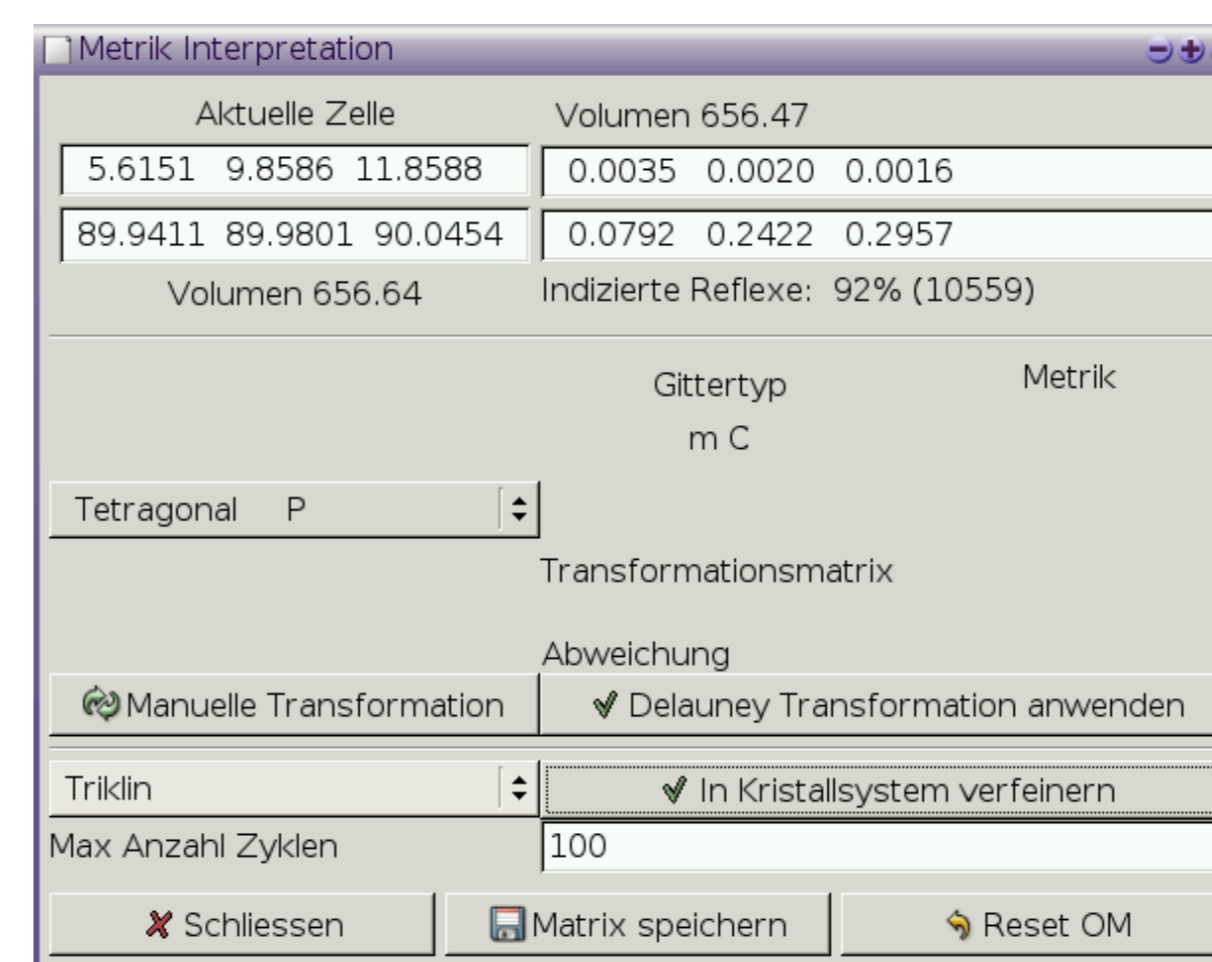
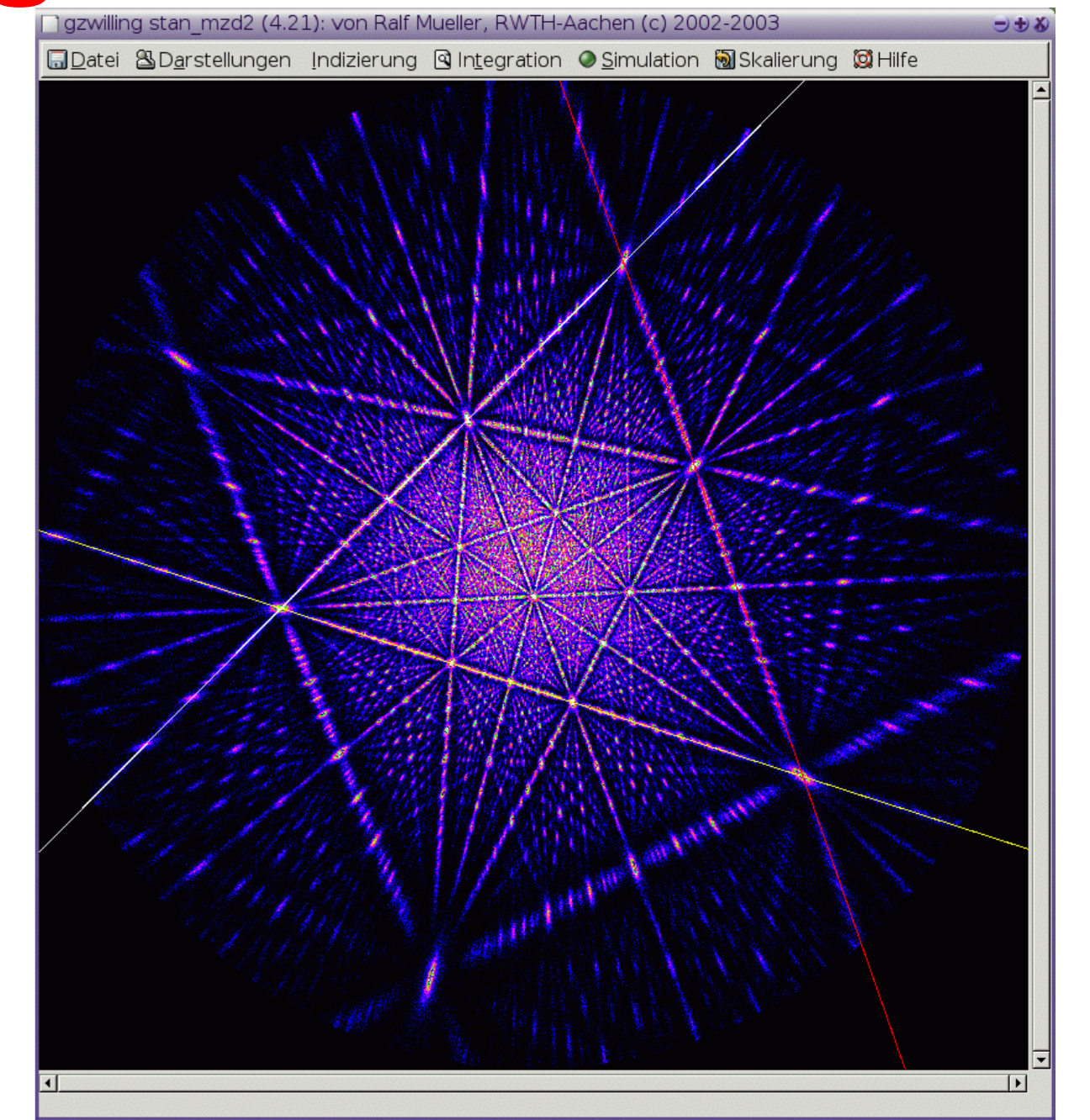


## 4. Verfügbarkeit

- Das Programm steht auf <http://www.deres-mueller.de/gzwilling> zum Download zur Verfügung

## 5. Metrik und Orientierung finden

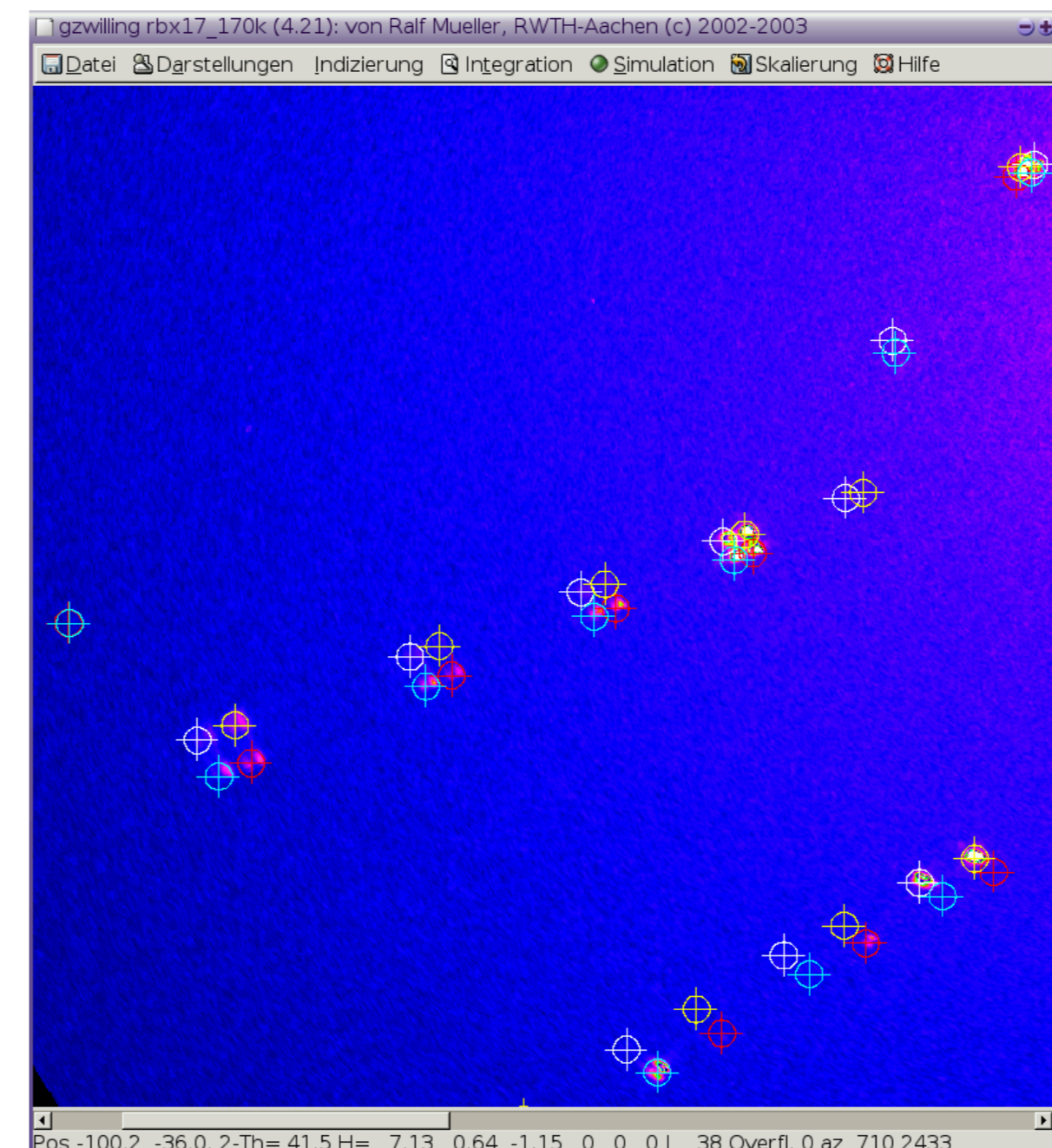
- Sämtliche Differenzvektoren der Beugungsvektoren werden berechnet und gnomonisch (Zentralprojektion auf Tangentialebene an eine Kugel) projiziert.
- Geraden in dieser Projektion repräsentieren parallele Ebenen mit hoher Differenzvektorhäufigkeit. Das Kreuzprodukt zweier Normalenvektoren dieser Ebenenschar ist eine mögliche Basisrichtung des Gitters. Eine Transformation der Reflexe in diese Basis liefert mittels Fourier-Analyse ohne Benutzerintervention die Periodizität in diesen Richtungen.
- Eine Basistransformation der Vektorwolke auf eine normierte Basis in diesen Richtungen liefert nun die Vektorhäufigkeiten entlang der jeweiligen Basisrichtung.



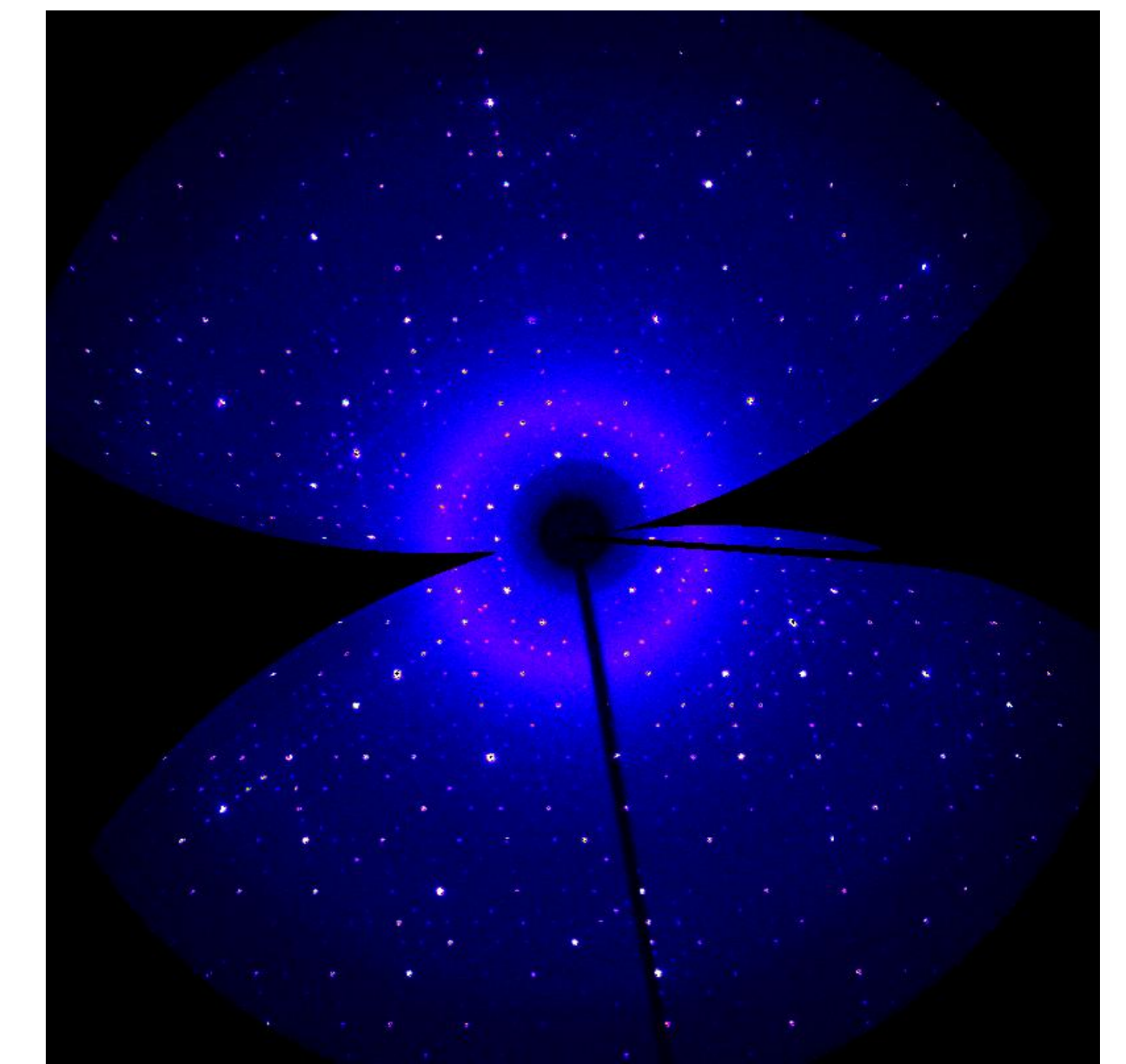
- Die Orientierungsmatrix  $O$  kann zerlegt werden in einen rotativen Anteil und einen „Metrik“-Anteil. Der Rotative Anteil ist eine Rotationsmatrix um drei Winkel  $\phi, \chi, \psi$ .
- Durch Formulierung von  $h = H * O$ , mit  $O = R(\phi, \chi, \psi) \cdot G'$  kann nun die Verfeinerung der Orientierungsmatrix bei fester Metrik oder in einem festem Kristallsystem (z.B. monoklin) durchgeführt werden.
- Ist die Metrik eines Individuums bekannt (z.B. durch Indizierung mit gnomonischer Projektion), so kann durch Abrastern des Rotationsraumes jedes Vorkommen dieser Metrik gefunden werden.

## 6. Simulation

Simulation der Reflexpositionen an verzwilligtem Kristall



Reziproke Raumkarte der Ebene h k 0



## 7. Interpretation der Beugungsobjekte

- Durch Indizierung der Beugungsobjekte können  $h\ k\ l$  angeheftet werden.
- Durch Simulation der Reflexpositionen können eventuell weitere  $h\ k\ l$  angeheftet werden.
- Eine 3-dimensionale Überlappungs-Untersuchung faßt zusammenhängende Beugungsobjekte zusammen.
- Alle Objekte mit genau einem  $h\ k\ l$  werden in eine SHELXL-hklf4-Datei geschrieben.
- Zusammenhängende Objekte und Objekte mit mehreren  $h\ k\ l$  werden zusätzlich in eine SHELXL-hklf5-Datei geschrieben.

## 8. Ergebnisse

- An L-Asparagin wurden alle Integrationsmethoden getestet. Alle Methoden landeten bei  $R_1 = 3\%$ .
- Grossular verfeinert ebenfalls auf  $R_1 = 2.9\%$ .
- Mikroklin (KAISi3O8) Zwilling
- $P\bar{1}$ ,  $a = 7,24\text{\AA}$ ,  $b = 7,63\text{\AA}$ ,  $c = 7,93\text{\AA}$ ,  $\alpha = 113,1^\circ$ ,  $\beta = 104,0^\circ$ ,  $\gamma = 104,0^\circ$ , 119 Parameter.

	$R_1$ [%]	# Refl.	$\frac{a}{b}$
STOE <sub>1</sub>	7,88	296	2,5
STOE <sub>2</sub>	9,07	332	2,8
gzwilling	4,53	5181	43,5

- RbHCO<sub>3</sub> Vierling ohne Absorptionskorrektur isotrop auf  $R_1 = 8,9\%$  verfeinerbar.

