

Kristallpulver in Stäbchenform aufgestellt und quer dazu durchleuchtet wird, kommt es zu verwickelteren Schnitten. Fig. 567 führt das vor und weiter Fig. 568 an einem aufgerollten Film.

Die zusammengehörigen Linien des Diagramms liegen symmetrisch zum Einstich des Primärstrahls. Man mißt den doppelten Zentralabstand $2a$ mit Hilfe eines mm-Maßstabes oder eines Zykloimeters und benützt die Formel $2\alpha = \vartheta = \frac{360^\circ \cdot 2a}{2\pi R}$, wo R den Filmradius vorstellt.

Die so gewonnenen Werte erfordern indes noch eine Korrektur insbesondere in Anbetracht der Strahlungsabsorption durch die verwendete Substanz, zumal beim Debye-Scherrer-Verfahren weiche Strahlen benützt werden. Stark absorbierende Stoffe liefern bei kleinen Glanzwinkeln α schmale, schwache

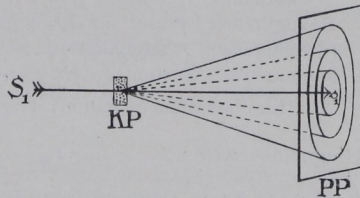


Fig. 566.

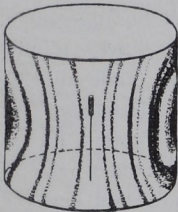


Fig. 567. Debye-Scherrer-Diagramm.



Fig. 568. Debye-Scherrer-Diagramm.

Linien, bei größeren α breitere, intensivere und schließlich solche von Stäbchenbreite, wie es bei sehr durchlässigen Substanzen durchweg statt hat. Da die Außenkanten der Streifen als Tangentenrichtungen zum Stoffzylinder von der Absorption unabhängig sind, stellt man auf sie ein und korrigiert durch Abziehen des Stäbchendurchmessers vom Abstand der Außenkanten zweier zusammengehöriger Streifen (Hadding'sche Regel). Bei stark absorbierenden Substanzen ist auf möglichst genau kreisrunden Stabquerschnitt zu achten. Auch die Divergenz der Primärstrahlung ist bei genauen Messungen zu berücksichtigen, gleichwie Exzentrizitätsfehler.

17. Auswertung von Debye-Scherrer-Diagrammen.

a) Nach dem Vorgange von Runge, Johnsen und Töplitz legt man die »quadratische Form« der Gitterebene zugrunde. Es gilt $Q = \sin^2 \vartheta/2 = k_{11} h_1^2 + k_{22} h_2^2 + k_{33} h_3^2 + 2k_{12} h_1 h_2 + 2k_{23} h_2 h_3 + 2k_{31} h_3 h_1$. Dabei bedeutet Q die Werte, die man durch Ausmessen der Platte als $\sin^2 \vartheta/2$ gewinnt; k_{11} usw. sind sechs Un-

bekannt; auch die den einzelnen Q -Werten zugeordneten Größen $h_1 h_2 h_3$ sind nicht oder doch nur soweit bestimmt, als sie niedrige, ganze Zahlen vorstellen. Mit steigender Symmetrie des Stoffes wird der Ausdruck für Q einfacher. Es mögen hier nur trigonales, tetragonales, hexagonales und isometrisches System berücksichtigt werden, zumal es noch nicht gelungen ist mit dem in Rede stehenden Verfahren einen niedrigersymmetrischen Fall zu erledigen. Die Ausdrücke für Q lauten

Trigonales System $k_{11} (h_1^2 + h_2^2 + h_3^2) + 2k_{23} (h_1 h_2 + h_2 h_3 + h_3 h_1)$
(Rhombodrisch)

Tetragonales System $k_{11} (h_1^2 + h_2^2) + k_{33} h_3^2$

Hexagonales System $k_{11} (h_1^2 + h_2^2 + h_1 h_2) + k_{33} h_3^2$
(Bravais'sches Achsenkreuz)

Isometrisches System $k_{11} (h_1^2 + h_2^2 + h_3^2) = k_{11} Q$.

Die Koeffizienten bedeuten: Trigonales System $k_{11} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \rho$; $k_{23} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \sigma$;

Tetragonales System $k_{11} = \frac{\lambda^2}{4a^2}$; $k_{33} = \frac{\lambda^2}{4c^2}$; Hexagonales System $k_{11} = \frac{\lambda^2}{3a^2}$; $k_{23} = \frac{\lambda^2}{4c^2}$; Isometrisches System $k_{11} = \frac{\lambda^2}{4a^2}$; Es ist $\rho = \frac{\sin^2 \alpha}{\sin^2 N}$; $\sigma = -\frac{2 \sin^2 \frac{1}{2} \alpha \cos \alpha}{\sin^2 N}$;
 $\sin^2 N = 1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^4 \alpha$; $\alpha =$ Polkantenwinkel des Rhomboeders.

Als Beispiel sei das isometrische System herangezogen. Hierher gehörige Aufnahmen kennzeichnen sich durch relativ wenige und kräftige Linien, da ja im allgemeinsten Falle die 24 Flächenpaare eines Hexakisoktaeders einen einzigen Beugungskegel liefern, während z. B. im triklinen System jede Gitterebene für sich wirkt. Im isometrischen System ist von den Koeffizienten nur k_{11} zu bestimmen. Man benutzte zu dem Zwecke am besten eine Tabelle, in der die möglichen Werte von q_1 bis q_{50} eingetragen und die zugehörigen Größen $h_1 h_2 h_3$ beigelegt sind.

q	$h_1 h_2 h_3$	q	$h_1 h_2 h_3$	q	$h_1 h_2 h_3$	q	$h_1 h_2 h_3$
1	001	13	203	26 +	431, 510	40 *	620
2 *	101	14 +	213	27 *	511, 333	41	443, 540, 621
3 *	111	16 *	004	29	520, 432	42 +	541
4 †	002	17	104, 223	30 +	521	43 *	533
5	102	18 +	114, 303	32 *	440	44 †	622
6 +	112	19 *	313	33	441, 522	45	542, 630
8 *	202	20 †	204	34 +	433, 530	46 +	631
9	212, 003	21	214	35 *	531	48 *	444
10 +	103	22 +	323	36 †	442, 600	49	632, 700
11 *	113	24 †	422	37	610	50 +	543, 550, 710
12 *	222	25	500, 430	38 +	532, 611		

Bemerkung: Die Reflexe höherer Ordnung sind durch Multiplikation der Indizes mit der Ordnungszahl n gekennzeichnet; z. B. ist 004 die Reflexion 4. Ordnung von 001.

Die Werte von $\sin^2 \vartheta/2$ müssen im Verhältnis rationaler Zahlen zueinander stehen. Dividiert man somit mit dem kleinsten Q -Wert in die größeren, so erhält man eine Reihe, für die die Tabelle jedem Werte die zugehörigen Indizes anweist. Ihre Art ist kennzeichnend für die der Raumgitter. Einfache Gitter ermöglichen alle Werte, körperzentrierte nur die in der Tabelle mit + versehenen ($h_1 + h_2 + h_3 =$ gerade Zahl), flächenzentrierte die mit * gezeichneten ($h_1 h_2 h_3$ sämtlich gerade oder ungerade). Zur Kontrolle kann die Beziehung dienen, daß im isometrischen System der Wert $\sin^2 \vartheta/2/q$ innerhalb der Fehlergrenzen konstant sein muß. So kann man einen Mittelwert bilden und findet nun die Kantenlänge a des Elementarkörpers aus $\frac{\sin^2 \vartheta_{i/2}}{q_i} = \frac{\lambda^2}{4a^2}$, wo auch λ als angewendete Wellenlänge bekannt ist.

Hat man es mit zwei Wellenlängen zu tun (z. B. bei Kupferstrahlung mit $\lambda_\alpha = 1,539$ und $\lambda_\beta = 1,389 \text{ \AA}$), so gibt jede Netzebene zwei Linien, für die die Werte $\sin \vartheta$ sich wie die Wellenlängen verhalten müssen. Danach und in Anbetracht der geringeren Intensität von K_β lassen sich die Werte sondern. Im übrigen kann man auch die β -Strahlung von Kupfer durch ein Nickelblech, von Molybdän durch einen ZrO_2 -Schirm abfangen.

b) Graphische Auswertung.

Die Beziehung der Linienabstände im Spektrogramm zu den α -Werten läßt sich leicht graphisch aufstellen (O. Pauli). Im übrigen haben A. W. Hull und auch Madelung sowie E. Schiebold Nomogramme für die quadratische Form konstruiert. Bei dem hier zu erörternden isometrischen System wird aus der Form $\sin^2 \alpha =$

$$k_{11} (h_1^2 + h_2^2 + h_3^2) = k_{11} q \text{ mit } k_{11} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \text{ nach E. Schiebold durch}$$

Logarithmieren die Beziehung aufgestellt $2 \log \sin \alpha = \log k_{11} + \log q$. Im Nomogramm (Fig. 569) bildet $\log k_{11}$ die Abszissenwerte, $\log q$ die Ordinate. Parallele unter 45° aufsteigende Gerade, von denen jede einem k_{11} Wert entspricht, geben die Beziehung wieder. Mit Hilfe des rechts gezeichneten Maßstabes werden aus den $\sin \alpha$ -Größen des Films die Werte von $2 \log \sin \alpha$ aufgetragen, wie es in Fig. 569 für Steinsalz geschehen ist. Man verschiebt nun den Maßstab sich selbst parallel nach links unter Beibehaltung des Nullpunktes auf der Abszissenachse. Es ergibt sich alsbald eine Stellung, in der die meisten Maßstabpunkte auf k_{11} -Linien fallen. Auf der Abszissenachse liest man dann die $\log k_{11}$ -Werte ab und berechnet

$$a \text{ aus } 2a = \frac{\lambda}{\sqrt{k_{11}}}. \text{ In der Fig. 569 ist die Auswertung für mehrere}$$

Substanzen vollzogen, im übrigen sind auf der Abszissenachse unter Voraussetzung angewandter Kupferstrahlung K_{α} gleich die Werte der Gitterkonstante a vermerkt. Daß beim Steinsalz zwei Lagen passen ($a = 2,815$ und $a = 5,63$) liegt an der Unterbelichtung des Films, derzufolge die Ebenen mit nur ungeraden Indizes fehlen.

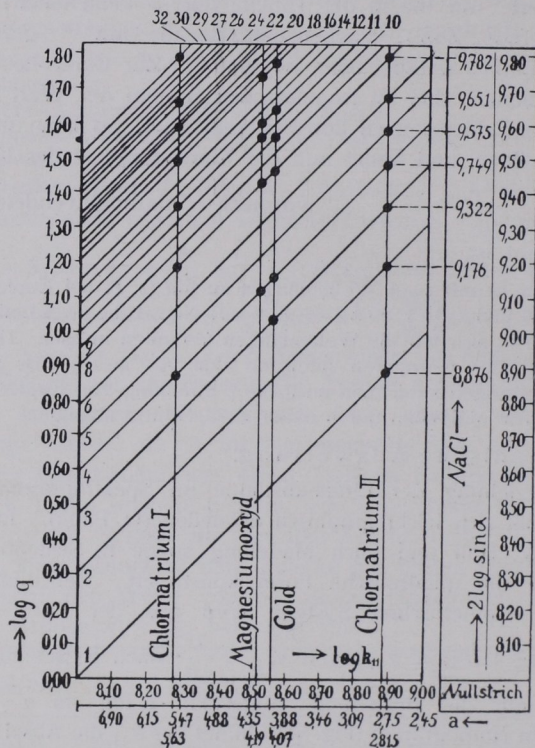


Fig. 569. Nomogramm für isometrische Debye-Scherrer-Diagramme. Nach E. Schiebold.

18. Photographische Spektralverfahren unter Drehung des Kristalls.

Anstatt die Reflexe eines Röntgenstrahls an Hand ihrer Ionisationswirkung aufzusuchen und in ihrer Intensität zu kennzeichnen, verwendeten De Broglie, Rutherford und insbesondere Seemann unter Beibehaltung der Kristalldrehung die photographische Fixierung der an einer orientierten Kristallfläche reflektierten Strahlung. Das Primärbündel fällt durch eine Spaltblende auf die Kristallplatte, welche mit der photographischen Platte gleichmäßig gedreht wird. Die Drehachse geht durch die reflektierende Oberfläche des Präparats.