

Darstellung von Kristallstrukturen
durch Röntgeninterferenz-Aufnahmen auf Kugelflächen

von
H. Frank und B. Heß +)

Zusammenfassung: Weitwinkel-Interferenzaufnahmen auf Kugelflächen geben ein besonders übersichtliches und informationsreiches Interferenzbild. Es werden drei Apparaturen zur Herstellung solcher Interferenzbilder beschrieben.

Von den Verfahren der Röntgenstrukturuntersuchungen hat sich das Konvergenzverfahren, bei welchem ein monochromatisches konvergentes Röntgenstrahlenbündel auf einen Einkristall fällt, am wenigsten durchgesetzt. Das mag seinen Grund darin haben, daß die 1930 von Linnik ¹⁾ veröffentlichte Methode, bei welcher ein Einkristall mit einem größeren Raumwinkel um einen Röntgenstrahl geschwenkt wird, zu umständlich ist, oder daß die von Seemann ²⁾ veröffentlichte Aufnahmetechnik auf dem ebenen Film nicht zu Kegelschnitten, sondern zu Kurven höherer Ordnung führt und daß das von Kossel ³⁾ angewendete Untersuchungsprinzip, bei welchem der Einkristall ins Vakuum gebracht und dort von einem Elektronen-

Eingegangen am 23. 10. 1974

+))

Anschriften: Dr. Heinrich Frank, I. Universitäts-Frauenklinik, 8 München, Maistr. 11; Prof. Dr. Bernhard Heß, Staatliches Physikalisches Institut Regensburg, 84 Regensburg, Agidienpl. 2

strahl getroffen wird, für die Praxis zu aufwendig ist.

Einkristall-Interferenzaufnahmen mit einem konvergenten Strahlenbündel liefern besonders informationsreiche Bilder. Dies wird sofort ersichtlich, wenn man die Reflexionskegel nicht auf einer Ebene, sondern auf einer kugelförmigen Platte auftreffen läßt. Die Schnittfiguren der Interferenzkegel mit der Fotokugel sind Kreise, die Mittelpunkte der Kreise sind die Durchstoßpunkte der Normalen der reflektierenden Ebenen, also die Pole der Ebenen. In Bild 1 a und 1 b³⁾ sind die Interferenzkreise, die auf einer Kugel bei konvergenter Bestrahlung eines Kupferkristalls im Kugelmittelpunkt mit den Wellenlängen $2,08 \text{ \AA}$ bzw. $1,8 \text{ \AA}$ entstehen, eingezeichnet. Gleichwertige Ebenen können sofort erkannt werden, da sie dieselben Kreisdurchmesser haben, denn dieser ist ja ein Maß des Ebenenabstandes. Man erkennt wegen der Zugehörigkeit gleich großer Kreise zu gleichwertigen Ebenen sofort die Symmetrie-Elemente des Kristalls und damit seine Symmetrie. Die Schnittpunkte der Interferenzkreise sind weitere Hilfsmittel zur geometrischen Strukturanalyse. Die Intensitätsverteilungen im Reflexsystem können in bekannter Weise zur weiterführenden Strukturanalyse verwendet werden. Weitwinkel-Interferenzaufnahmen auf Kugelflächen liefern eine gute "Abbildung" des Kristallgitters und diese übersichtlichen und informationsreichen Aufnahmen werden ohne Kristalljustierung gewonnen.

Trotzdem wurde die Herstellung solcher Interferenzbilder auf Kugelflächen nicht aufgegriffen. Das hat seinen Grund wohl darin, daß bisher keine geeigneten Röntgengeräte und keine kugelförmigen Filme zur Verfügung gestanden sind.

I. Will man Durchstrahlaufnahmen nach dem Weitwinkelverfahren, um die Benennung nach Seemann zu gebrauchen, herstellen, so muß man die Schwärzung der Fotokugel durch den Primärstrahlkegel vermeiden. Wir verwendeten deshalb, wie bereits früher⁴⁾ dargestellt wurde, einen ebenen Strahlenfächer großer Divergenz, der von einer

großflächigen Anode (A) in Götze-Stellung zur Lochblende (B) ausging (Bild 2). Nachdem die Röntgenstrahlen den Kristall (Kr) durchsetzt haben, werden sie in einer Nullstrahlblende (N) vernichtet (Bild 2 und 3). Zur Erzeugung der räumlichen Divergenz werden der Kristall und die kugelförmige Platte (P) um die Winkelhalbierende des einfallenden ebenen Fächers und die feststehende Nullstrahlblende gedreht. Man erhält Interferenzbilder von der Art von Bild 4, einer Interferenzaufnahme von Kochsalz. Der Durchmesser der Kugel betrug 10 cm. Für diese Aufnahmen wurde eine Fotohalbkugel verwendet, die in dankenswerter Weise von den Agfa-Laboratorien in Leverkusen hergestellt worden war.

II. Zur Herstellung von Rückstrahlaufnahmen, also Aufnahmen, bei denen das einfallende Röntgenstrahlenbündel und die zu registrierenden Interferenzen auf derselben Seite des Kristalls sind, verwendet man eine Hohlanodenröhre.

a) Ein Ionenröntgenrohr mit punktförmiger Außen- Elektrode zeigt das nächste Bild 5. Es ist einfach ein kleines Gasentladungsrohr, das an einer kleinen Pumpe liegt und dessen ausgezogene Spitze mit einer 10 oder 20 μ -Kupferfolie verschlossen wird. Der Fokus auf der Folie hat einen Durchmesser von 0,2 mm, der Durchmesser der Anodenspitze beträgt 0,6 mm, der Abstand Kristall - Anode etwa 0,5 mm. Ein feiner Luftstrom kühlt die Anodenfolie.

Auf dem Bildausschnitt Bild 6 einer mit dieser Röntgenröhre gemachten kugelförmigen Aufnahme eines Kristallits in der Oberfläche eines Aluminiumblechs sehen wir unter anderen Interferenzkreisen drei Interferenzkreisebögen gleichwertiger Ebenen und zusammenfallend mit dem Pol der zugehörigen dreizähligen Drehachse den Pol einer Ebene mit kleinem Ebenenabstand. Die Belichtungszeit betrug 1 Stunde. Das Bild stammt aus einer Arbeit, die vor 32 Jahren veröffentlicht worden ist ⁵⁾.

b) Die Ausführung einer Hochvakuum-Röntgenröhre mit punktförmiger Außen- Elektrode zeigt Bild 7. Ein Hohlkegel aus Beryllium

mit 0,4 mm Wandstärke, der auf einen Kegelstumpf aus Kupfer aufgeschweißt und mit dünnem Bleiblech umkleidet ist, hat innen in der Spitze einen dünnen Goldbelag. Der äußere Durchmesser der Spitze ist 0,6 mm. Zum Größenvergleich ist ein Streichholz mitfotografiert. Mit einem Elektronenwerfer (E) aus einer Fernsehöhre wurde ein Elektronenstrahl mehr oder weniger gut auf die Goldanode fokussiert.

Die Schnittzeichnung Bild 8 zeigt die Anordnung von Röhre (A: Anode) (bei den Laboratoriumsversuchen nicht abgeschmolzen, sondern noch mit der Diffusionspumpe verbunden), Blende (Al: Aluminiumblech mit Lochblende in der Mitte), Kristall (Kr) und Fotokugel (P); die Divergenz der verwendeten $Au L_{\alpha}$ -Strahlung betrug ca. 100° . Sie erzeugt scharfe Interferenzkreise (Bild 9) auf der Fotokugel mit 10 cm Durchmesser. Der Anodenstrom war $50 \mu A$, die Belichtungszeit 5 Minuten. Die räumliche Divergenz, die maximal zur Registrierung der Röntgenreflexe zur Verfügung steht, ist 360° minus der Öffnung des Primärstrahlkegels, also 260° . Der Primärstrahl kann durch eine Nullblende abgefangen werden oder auch durch eine Aussparung in der Kugel abstrahlen. Um Streuung der Strahlung in der Luft zu vermeiden, befindet sich die Anordnung in einem evakuierten Gefäß.

In den Richtungen der Röntgenstrahlen, die zur Reflexion an den Gitterebenen führen, verliert die Strahlung Intensität, weshalb diese Strahlrichtungen als Aufhellungslinien im Schwärzungsbereich des Primärstrahls erscheinen. Die vollständigste "Abbildung" des Kristallgitters mit einem räumlich divergenten Röntgenstrahlenbündel erhält man, wenn man diese im Primärstrahlkegel enthaltenen Extinktionslinien auch noch auf der Kugel zur Abbildung bringt. In diesem Fall muß die Sekundärstrahlung, die von der von Primärstrahlung getroffenen Kalotte des kugelförmigen Films abstrahlt, durch eine kegelstumpfförmige Blende um den Primärstrahlkegel abgefangen werden. Die Extinktionslinien können zu genauesten Messungen verwendet werden. In Bild 10 sind solche Extinkti-

onslinien auf einem ebenen Film aus einer Arbeit von K.J.H. Makay ⁶⁾ abgebildet.

Die Beschichtung einer 180° - bzw. einer 260° -Kugelschale mit einer empfindlichen Emulsion für die Reflexionen, kombiniert mit einer 100° -Kalotte mit entsprechend abgestimmter unempfindlicher Schicht für die Extinktionen, bzw. die Beschichtung mit zwei geeigneten unterschiedlich empfindlichen Fluoreszenzschichten ist das Ziel unserer gegenwärtigen Bemühungen.

Zur Herstellung von weitwinkel-Interferenzbildern auf Kugeln ist nur eine Mini-Apparatur nötig; Die Röntgenröhre ist sehr klein und die benötigte Strahlenleistung der Röhre äußerst gering. Bei 1 mm Abstand des Kristalls von der Anode, wie in unserem Fall, ist bei gleicher Einfallsdosis auf dem Kristall nach dem $1/r^2$ -Gesetz die notwendige Leistung der Röntgenröhre 10 000 mal kleiner als bei üblichen Entfernungen des Kristalls vom Röhrenfokus von etwa 10 cm. Die gezeigte Interferenzaufnahme mit dem Innenrohr (Bild 6) wurde mit dem kleinen in Bild 11 abgebildeten Spielzeug-Induktorium mit Wagner'schem Hammer und einigen Volt Primärspannung bei 1 Stunde Belichtungszeit gemacht.

Kristalle können nicht nur bei sichtbarem Licht, sondern auch mit Röntgenlicht am Schreibtisch untersucht werden.

Die Apparatur wurde gemeinsam mit Herrn Gareis, der das ganze Gerät auch hergestellt hat, entwickelt.

- 1) W. Linnik, Z. Physik 1930, S. 220
- 2) H. Seemann, Ann. Physik 7, 1930, S. 633 u.a.
- 3) W. Kossel, Erg. exakt. Naturwiss. 16, 1937, S. 295
- 4) H. Frank und B. Heß, Acta Albertina Ratisbonensia 29, 1969, S. 87
- 5) B. Heß, Z. Kristallographie 104, 1942, S. 294
- 6) K.J.H. Makay in: J.W. Jeffery, Methods in X-ray crystallography, London 1971

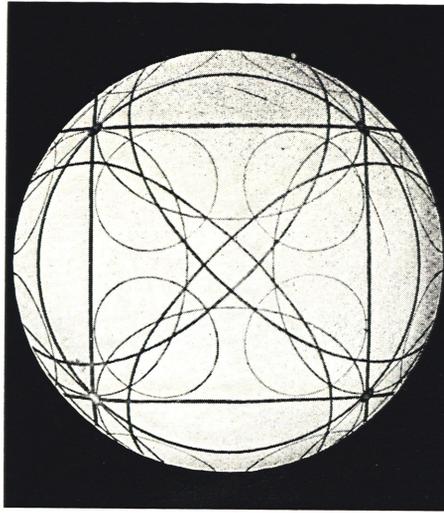


Bild 1a

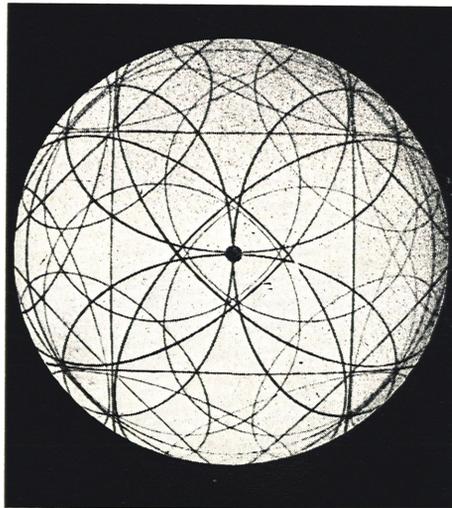


Bild 1b

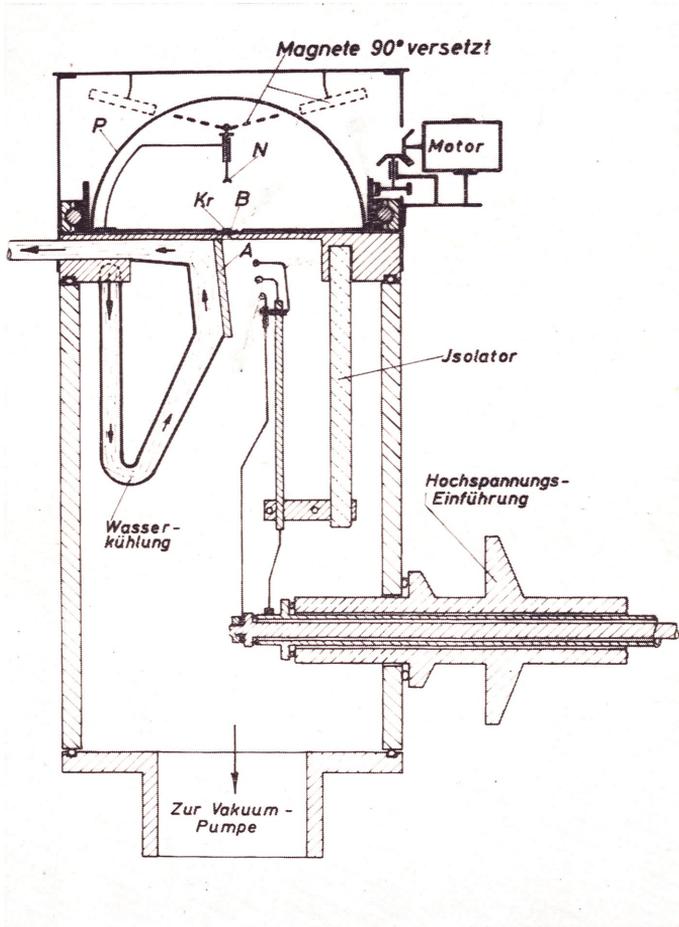


Bild 2

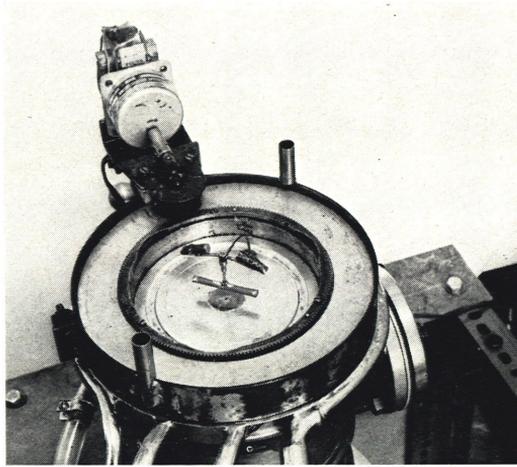


Bild 3

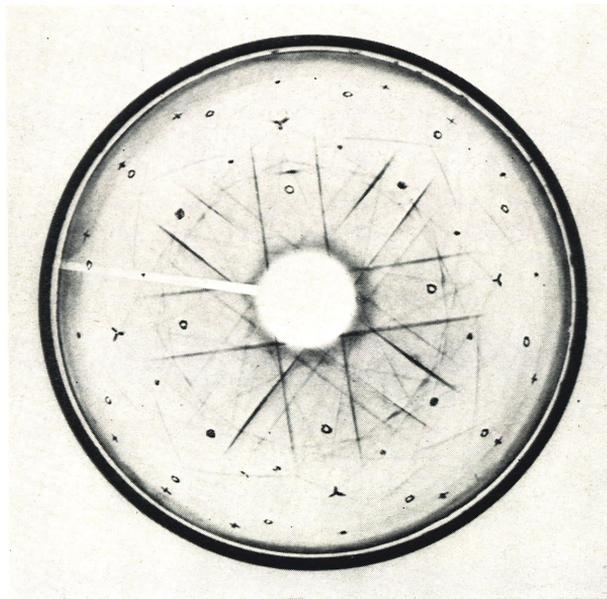


Bild 4

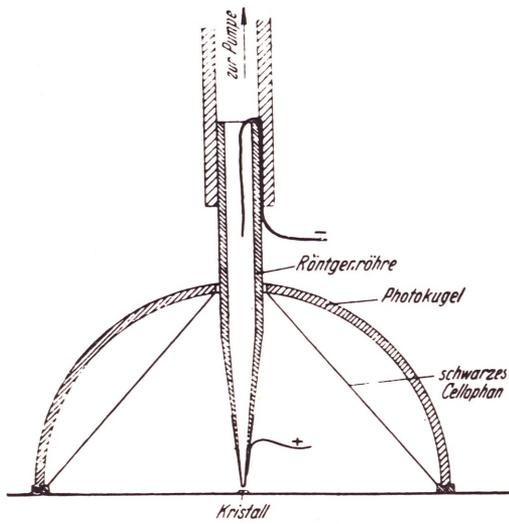


Bild 5
(Kugeldurchmesser 5,2 cm)



Bild 6

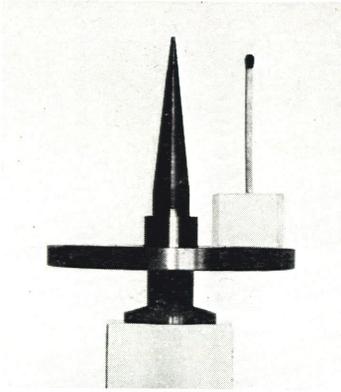


Bild 7

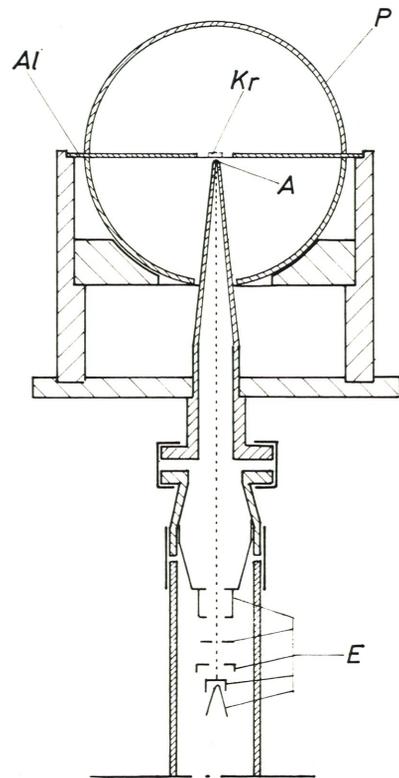


Bild 8

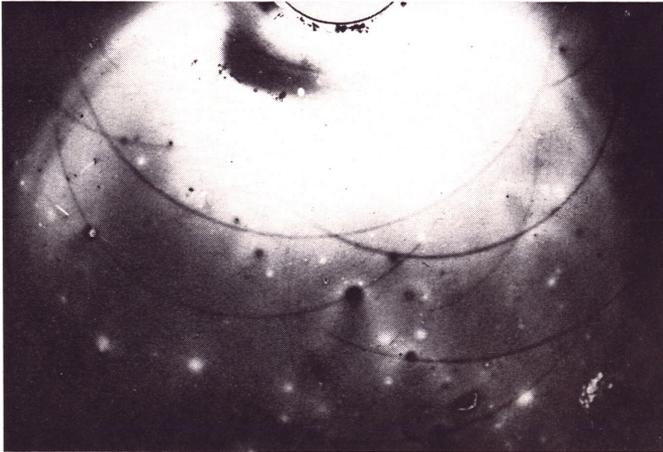


Bild 9

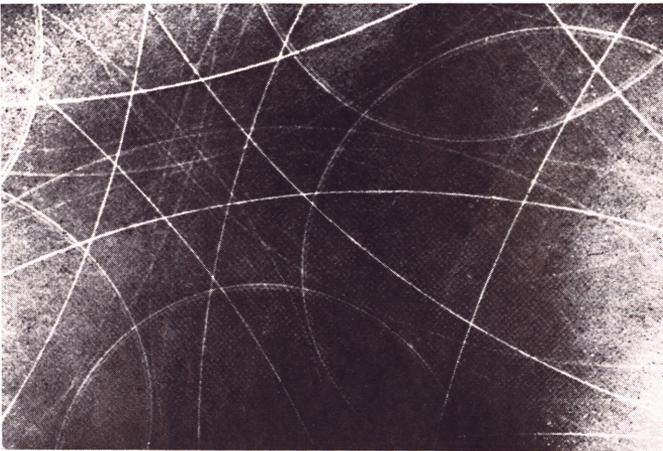


Bild 10

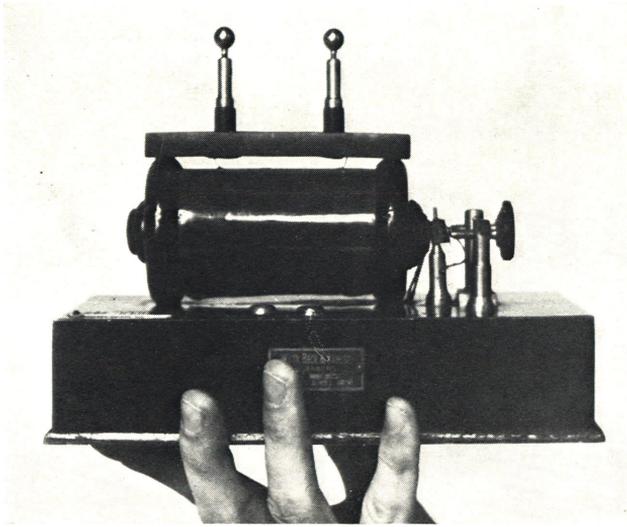


Bild 11

