

Neues Verfahren zur Herstellung von blendenstreuungsfreien Röntgenkleinwinkelaufnahmen. II¹.

(Verwendung in Verbindung mit dem Monochromator nach
Johansson-Guinier.)

Von

O. Kratky und **A. Sekora**.

Aus dem Institut für theoretische und physikalische Chemie der Universität
Graz.

Mit 11 Abbildungen.

(Eingelangt am 13. April 1954.)

In der I. Mitt.² ist ein Weg gezeigt worden, wie man bei Röntgenkleinwinkelaufnahmen durch zweckmäßige Anordnung die störende Kleinwinkelstreuung der Blendenkörper selbst vollkommen beseitigen kann. Die folgende Mitteilung beschreibt die Verwendung dieser Anordnung in Kombination mit dem Monochromator nach *Johansson-Guinier*.

I. Einleitung.

Über die Möglichkeiten, welche das Studium der Röntgenkleinwinkelstreuung für die Erforschung von Kolloidteilchen und Makromolekülen eröffnet, ist in letzter Zeit mehrmals zusammenfassend berichtet worden³. Leider waren der Anwendung der Methode bisher dadurch Grenzen gesetzt, daß stets eine unerwünschte störende Kleinwinkelstreuung auftrat, die von den den Röntgenstrahl begrenzenden Blenden herrührte.

¹ Die vorliegende Mitteilung sei Herrn Prof. Dr. *L. Ebert* zu seinem 60. Geburtstag in dankbarem Gedenken an manchen wertvollen Freundschaftsdienst herzlichst gewidmet. *O. Kratky*.

² I. Mitteilung: *O. Kratky*, Z. Elektrochem. **58**, 49 (1954). Im folgenden als I. Mitt. bezeichnet.

³ *R. Hosemann*, *Ergebn. exakt. Naturwiss.* **24**, 142 (1951). — *K. L. Yudowitch*, *Amer. Cryst. Assoc. Bibliography of Small Angle X-Ray Scattering* Jan. 1952. — *O. Kratky*, *Österr. Chem.-Ztg.* **54**, 193 (1953).

Alle bisher bekannten Maßnahmen zur Bekämpfung dieser Schwierigkeit versagten, wenn eine diffuse Streuung bei Winkeln vermessen werden sollte, die Braggschen Abständen größer als 500 \AA entsprachen und gleichzeitig das Objekt ein schlechtes Streuvermögen besaß, wie z. B. bei verdünnten Lösungen von Proteinen oder organischen Fadenmolekülen. Ein grundsätzlicher Fortschritt konnte nun durch die in der vorangegangenen I. Mitt. beschriebenen Strahlungsführung erzielt werden, bei welcher die schädliche Streustrahlung vollkommen wirkungslos gemacht wird. Bevor wir zum eigentlichen Gegenstand der vorliegenden Mitteilung übergehen, soll das Wesen der neuen Anordnung nochmal kurz besprochen werden. Bezüglich der näheren Details sei auf die I. Mitt. verwiesen. Abb. 1 gibt eine schematische Darstellung, in der alle Dimensionen in der vertikalen Richtung stark, das heißt um

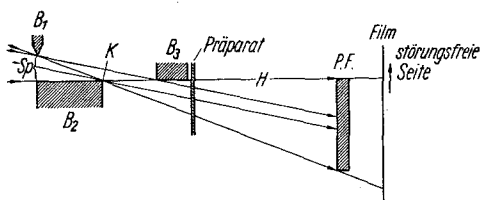


Abb. 1. Schema der neuen Anordnung (Zeichenerklärung im Text).

einen Faktor in der Gegend von 100, vergrößert sind. Der von links kommende Röntgenstrahl wird durch die drei Blenden B_1 , B_2 und B_3 begrenzt, die wir uns normal zur Zeichenebene ausgedehnt denken müssen, so daß ein spaltförmiges Strahlenbündel ausgeblendet wird, dessen Breite ebenfalls normal zur Zeichenebene verläuft⁴. Man macht sich leicht klar, daß Streustrahlungen, an welchen Stellen der Blenden sie immer entstehen mögen, niemals in den Bereich oberhalb des „Hauptschnittes“ H gelangen. Wenn der Primärstrahlfänger $P.F.$ so eingestellt ist, daß er genau bis an den Hauptschnitt heranreicht, über diesen aber nicht herausragt, dann ist ein wesentliches Ziel der Kleinwinkelordnung erreicht: man kann nämlich, unmittelbar von der Grenze des Primärstrahls ab, die vom Präparat herrührende Kleinwinkelstreuung ohne Störung durch Blendenstreuung vermessen.

Wenden wir uns nun der wichtigen Frage der zu verwendenden Strahlung zu, so ist zunächst festzuhalten, daß man für die Untersuchung einer diffusen Streuung unbedingt ein monochromatisches Röntgenbild braucht. Dieses kann man entweder direkt erhalten, indem man mit

⁴ Über die Anwendung von Strahlenbündeln bei Röntgenkleinwinkelaufnahmen, die durch einen langgestreckten Spalt (Schlitz) begrenzt sind, vgl. O. Kratky, A. Sekora und R. Treer, Z. Elektrochem. **48**, 587 (1942). — O. E. A. Bolduan und R. S. Bear, J. Appl. Physics **20**, 983 (1949). — R. Hosemann, Z. Physik **114**, 133 (1939); Z. Elektrochem. **53**, 331 (1949).

⁵ P. A. Ross, J. Amer. Chem. Soc. **16**, 433 (1928). — E. O. Wollan, Physic. Rev. **43**, 955 (1933). — K. Hoffmann, Physik. Z. **39**, 695 (1938).

einer durch Kristallreflexion monochromatisierten Strahlung arbeitet, oder aber indirekt, indem man das Rosssche Filterdifferenzverfahren⁵ anwendet. Bei diesem werden zwei Aufnahmen mit polychromatischer Strahlung hergestellt, wobei man zweierlei Filter bei den beiden Aufnahmen benützt. Die Absorptionskante des einen Filters ist etwas kurzwelliger als die im Primärlicht enthaltene K_{α} -Linie, die Kante des anderen etwas langwelliger. Im Falle von Kupferstrahlung sind Kobalt- und Nickelfilter am geeignetsten. Ross hat nun gezeigt, daß das durch Subtraktion der beiden Diagramme (das heißt einfach der Schwärzungskurven) erhaltene Diagramm praktisch der Streuung der K_{α} -Linie allein entspricht, das heißt bei der Subtraktion heben sich die von der Bremsstrahlung herrührenden Streuanteile weg.

Dieses Filterdifferenzverfahren hat den Vorteil einer sehr hohen Lichtstärke. Für Kleinwinkelaufnahmen bestand aber die Schwierigkeit, daß die kurzwellige, relativ tief in das Blendenmaterial eindringende Bremsstrahlung besonders intensive schädliche Streueffekte erzeugt. Mit der eben beschriebenen Anordnung fällt aber diese Störung vollkommen weg, wie in der I. Mitt. gezeigt werden konnte, so daß der Verwendung des Filterdifferenzverfahrens kein grundsätzliches Hindernis mehr im Wege steht.

Nun läßt sich aber nicht leugnen, daß das Filterdifferenzverfahren dennoch gewisse Nachteile gegenüber der Verwendung der durch Kristallreflexion monochromatisierten Strahlung besitzt. Diese sind:

1. Man benötigt Filter, die in ihrer Dicke exakt aufeinander abgestimmt sind und zur Erzielung einer maximalen Intensität sehr dünn sein müssen. Bei Kupferstrahlung braucht man z. B. ein Nickelfilter von $6,84 \cdot 10^{-3}$ mm und ein Kobaltfilter von $7,60 \cdot 10^{-3}$ mm Dicke⁶. In den letzten Monaten durchgeführte Experimente zeigten nun, daß die Realisierung derartiger Filter, die ja außerdem über den ganzen Strahlungsquerschnitt sehr gleichmäßig sein müssen, keine einfache Aufgabe darstellt. (Darüber soll nächstens ausführlich berichtet werden.)

2. Die Aufnahmen mit den beiden Filtern sind unter streng vergleichbaren Bedingungen herzustellen. Die völlige Konstanz der Primärstrahlintensität (bei Zählrohraufnahmen) bzw. allenfalls die genaue Registrierung einer Intensitätszeitkurve (bei photographischen Aufnahmen) erfordert einen gewissen apparativen und experimentellen Aufwand.

3. Schließlich sind für jede Messung statt einer Aufnahme deren zwei herzustellen und auszuwerten.

4. Wie gut auch die Erfordernisse 1 und 2 gelöst sein mögen, sind die Einzelstreuarkurven durch den photographischen Prozeß bzw. die

⁶ O. Kratky, Naturwiss. 31, 325 (1943).

Zählrohrmessung unter allen Umständen mit experimentellen Fehlern behaftet, die nun durch den Subtraktionsprozeß relativ vergrößert werden.

Alle diese Schwierigkeiten wird man zweifellos in Kauf nehmen, das heißt in Kauf nehmen *müssen*, wenn die Belichtungszeiten bei Verwendung der üblichen Röntgenanlagen für monochromatische Aufnahmen 100 Stdn. und mehr betragen, bzw. wenn bei Zählrohrregistrierung die Zahl der Stöße zu klein wird. Beim Filterdifferenzverfahren betragen nach unseren bisherigen Erfahrungen die Belichtungszeiten für beide Aufnahmen zusammen nur etwa 20 bis 30% der Zeit, die man für eine monochromatische Aufnahme benötigt.

Sind aber die Belichtungszeiten nicht in gleichem Maß ein Engpaß für den Fortschritt — etwa wenn eine Röntgenhochleistungsanlage zur Verfügung steht oder die Präparate ein besseres Streuvermögen besitzen —, so wird man die oben angegebenen Schwierigkeiten gerne vermeiden.

Die Verwendung der neuen Anordnung bringt in der Behandlung ein und desselben Problems einen sehr großen Fortschritt gegenüber den früher bekannten Anordnungen, wo man, um zu einem bestimmten Winkel vorzudringen, den Primärstrahl auf einen Bruchteil dieses Winkels begrenzen müßte: denn der Primärstrahl war stets von einer toten, von schädlicher Streustrahlung erfüllten Zone umgeben, die ein Vielfaches der Primärstrahlbreite selbst ausmachte. Jetzt hingegen kann der Primärstrahl bis an den zu untersuchenden kleinsten Winkel herantreten. Man kann also einen viel breiteren Primärstrahl verwenden und die Streuintensität ist daher viel höher. Das führt aber zum Ergebnis, daß man viel öfter als früher mit direkter Monochromatisierung zeitlich zum Ziel kommt⁷. Und für diesen Fall empfiehlt es sich, die neue Anordnung in Verbindung mit dem Monochromator von *Johansson-Guinier* zu verwenden, wie bereits in der I. Mitt. angedeutet wurde. Im folgenden sei über eine derartige, seit einem halben Jahr eingehend erprobte Anordnung berichtet.

II. Die neue Kamera in Verbindung mit dem Monochromator nach *Johansson-Guinier*.

Abb. 2 zeigt schematisch den Strahlengang der Anordnung. Der

⁷ Zeitliche Schwierigkeiten, das heißt Belichtungszeiten von weit über 100 Stdn. treten bei Aufnahmen mit reflektierter Strahlung nach bisherigen Erfahrungen und bei Verwendung der neuen Anordnung bei Lösungen von organischen Substanzen auf, deren Konzentration wenige Prozent beträgt. Ist die Konzentration 10% und darüber, so braucht man trotz einer bis etwa 2000 Å gehenden Vermessung kaum längere Zeiten als 100 Stdn. Bruchteile dieser Zeit sind notwendig bei hochprozentigen Gelen, und größenordnungsmäßig kürzere Zeiten bei anorganischen Systemen mittlerer Absorption.

Monochromator *M* nach *Johansson-Guinier*⁸ besteht aus einem gebogenen, in bestimmter Weise zylindrisch ausgeschliffenen Kristall. Auf diesen fällt ein vom Fokus des Röntgenrohres kommendes, divergentes Strahlen-

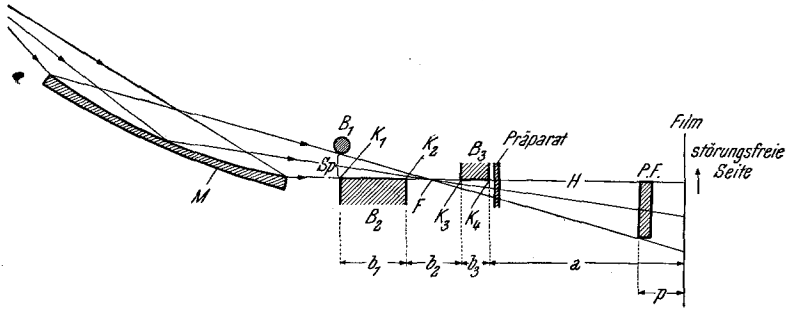


Abb. 2. Schema der neuen Anordnung in Kombination mit dem Monochromator nach *Johansson-Guinier*. Beispiel für die Maße (in mm) bei Auflösung bis 1500 Å: $b_1 = 70$; $b_2 = 70$; $b_3 = 20$, $a = 150$; $p = 25$; $Sp = 0,11$.

bündel. Durch *Braggsche* Reflexion entsteht ein konvergentes Bündel, das in *F* seinen Brennpunkt hat. Da die Zylinderfläche des Kristalls auf der Zeichenebene senkrecht steht und ein in der gleichen Richtung

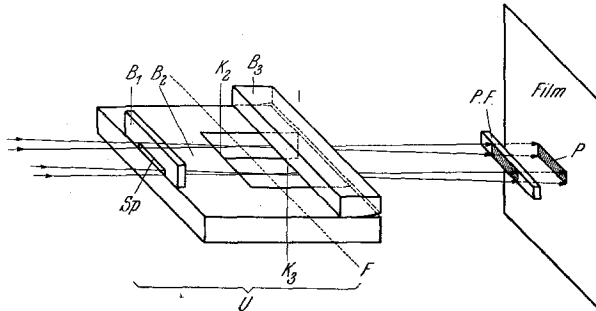


Abb. 3. Schema der *U*-Kamera.

ziemlich ausgedehntes Bündel verwendet wird, erfolgt die Wiedervereinigung eigentlich in einer Brennlinie und *F* ist nur ihr Schnitt mit der Zeichenebene. Aus dem konvergenten Strahlenbündel wird durch *Sp*, dem Eintrittsspalt in die Kamera, ein Teil ausgegrenzt. Es ist am zweckmäßigsten, die Justierung dabei so vorzunehmen, daß die Fokusslinie *F* des Bündels im Hauptschnitt *H* und etwa in der Mitte zwischen den inneren Begrenzungsflächen von *B*₂ und *B*₃ zu liegen kommt. Im weiteren Verlaufe passiert das nun wieder divergierende Bündel das Präparat und

⁸ *A. Guinier*, C. r. acad. sci., Paris **223**, 31 (1946). — *T. Johansson*, Z. Physik **82**, 587 (1933).

trifft auf den Primärstrahlfänger. Die gegenseitige Anordnung der Blenden B_1 , B_2 und B_3 , des Präparats, des Primärstrahlfängers $P.F.$ und des Films F unterscheidet sich in keinem Punkt von der für polychromatische Aufnahmen verwendeten Anordnung, wie sie in Abb. 1 schematisiert ist. Bei den bisherigen Versuchen sind wir von der in Abb. 4 der I. Mitt. beschriebenen „Rahmenkamera“ insofern abgegangen, als der Primärstrahlfänger getrennt aufgestellt wurde⁹. Die Rahmenkamera

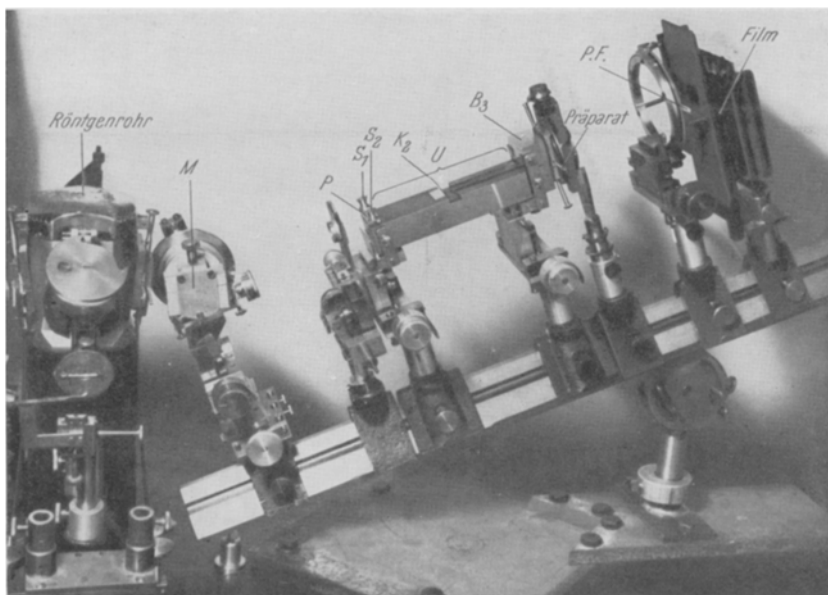


Abb. 4. Photo der gesamten Anordnung.

geht durch diese Abtrennung des Primärstrahlfängers in die in der I. Mitt. ebenfalls schon erwähnte U-Kamera über, die nun in Abb. 3 schematisch in Schrägansicht dargestellt ist.

Eine Photographie der gesamten Anordnung gibt Abb. 4. Die Bezeichnungen haben die gleiche Bedeutung wie in Abb. 1, 2 und 3. Die im eigentlichen Kamerakörper U sitzenden beiden Schrauben S_1 und S_2 dienen zur Befestigung einer kleinen Vorrichtung, durch welche die Blende B_1 gehalten wird. Da die Streuung dieser Blende ohnehin abgefangen wird; spielt ihre Ausbildung keine besondere Rolle. Wir haben einen Zylinder aus hochglanzpoliertem Stahl verwendet, dessen Abstand

⁹ Auf Grund der gesammelten Erfahrungen wird es möglich sein, nächstens wieder zu einer verbesserten „Rahmenkamera“ überzugehen, die bei höchster Auflösung jede Justierungsarbeit entbehrlich macht.

von der Unterlage durch Abstandsbleche definiert wird. Das Messingplättchen P , das an seiner Unterseite eine halbzyklindrische Rinne zur Aufnahme des Stahlzylinders trägt, wird durch die beiden Schrauben

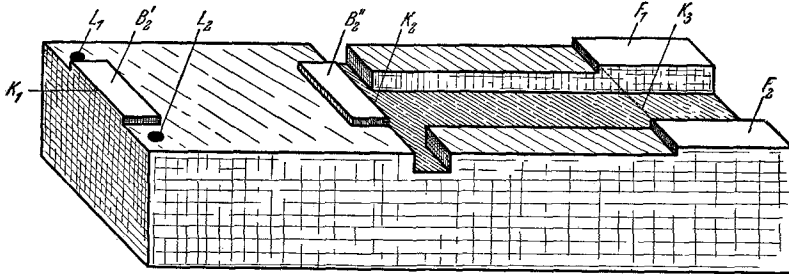


Abb. 5. Maßstabrichtige Zeichnung des verwendeten Kamerakörpers, entsprechend den bei Abb. 2 angegebenen Maßen.

nach unten gedrückt und preßt dadurch den Stahlzylinder gegen die Abstandsbleche. Gegen die Anbringung eines Präzisionsspaltens (z. B. nach Art des Zeißschen Spektrographenspaltens) ist nichts einzuwenden.

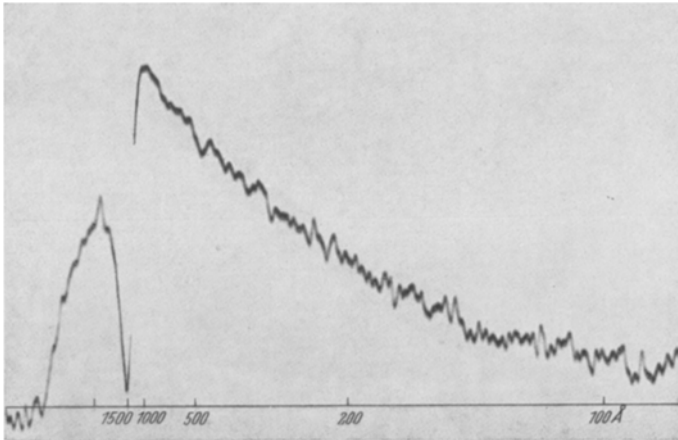


Abb. 6a. 22%iges koaguliertes Seidengel. Präparatabstand 142 mm, Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit 8,1 Stdn.

Es scheint uns aber erwähnenswert, daß die erforderliche hohe Präzision auch schon mit einfachen Mitteln erzielt werden kann.

Der eigentliche Kamerakörper ist aus Stahl. Er ist in Abb. 5 maßstabgerecht dargestellt. Nach den Ausführungen in der I. Mitt. ist es wesentlich, daß das Niveau der Blende B_2 (die hier aus zwei Teilen B_2' und

B_2'' besteht) bei der Kante K mit der Tangentialebene an die untere Fläche von B_3 zusammenfällt. Nun liegt B_3 auf den geschliffenen Flächen F_1 und F_2 auf, so daß also B_2 , F_1 und F_2 in einem Niveau liegen

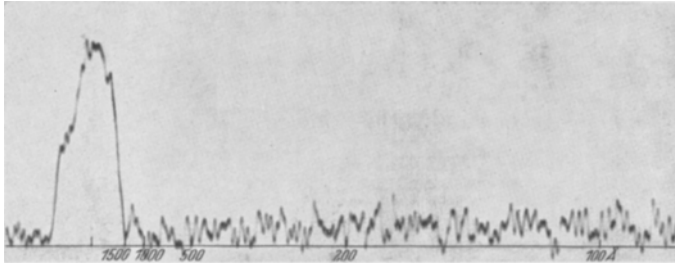


Abb. 6b. Blindaufnahme zu Abb. 6a. Gleiche Arbeitsbedingungen.

müssen. Um höchste Präzision zu erreichen, ist es notwendig, daß dieses Zusammenfallen der Flächen tatsächlich sehr exakt erfolgt. Natürlich könnte die gesamte Oberfläche von U eine zusammenhängende, ebene Fläche bilden. Daß nur die kleinen Zonen B_2' , B_2'' , F_1 und F_2 auf gleiches Niveau geschliffen wurden, geschah nur aus Gründen der Kostenverminderung. Wie die Abb. 4 und 5 erkennen lassen, ist der Ausschnitt im U-förmigen Körper nicht durch die ganze Stärke des Materials geführt, sondern gegenüber den Niveauflächen nur um einige Millimeter vertieft.

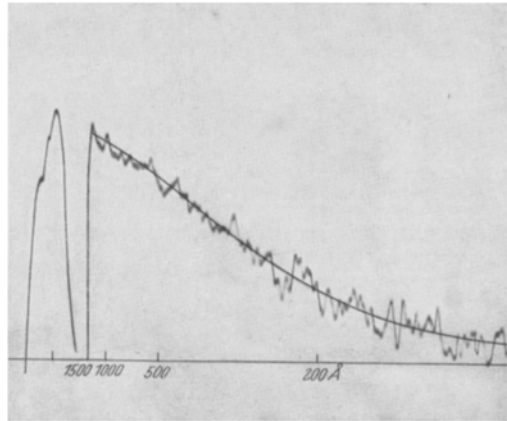


Abb. 7. 10,34%ige klare Seidenlösung, Präparatabstand 148,5 mm, Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit 86 Stdn.

Die Bezeichnung der Kanten K_1 , K_2 , K_3 und K_4 auf den Abbildungen hat den Sinn, jedes Mißverständnis in der Zuordnung der Bilder zueinander auszuschließen.

Die Grenze der erzielbaren Präzision hängt von der zweckmäßigen Gestaltung des Blockes B_3 ab (vgl. Abb. 3). Nach bisherigen Erfahrungen ist es am günstigsten, an der Unterseite von B_3 gegen die hintere Kante K_4 zu eine geringfügige Abschrägung anzubringen, wie das schematisch in Abb. 3 angedeutet ist. Die Abschrägung wird von Hand aus durch

Schleifen mit einem Ölstein erzeugt. Bei der beschriebenen Anordnung schließt der vermeßbare Teil des Films unmittelbar an den Primärstrahl an, so daß bei entsprechend feiner Ausblendung *Braggsche* Abstände von mehreren tausend Å vermessen werden können. Tatsächlich sind wir aus Intensitätsgründen bisher über 2000 Å nicht hinausgegangen.

Bei Justierung der Kamera ist wesentlich, daß die Bewegungsmechanismen, wie das Abb. 4 erkennen läßt, an den beiden Enden des *U*-Körpers angebracht sind. Das Ende bei B_2 wird zunächst durch Höhenverstellung so justiert, daß der Strahl in B_2 eintritt, und dann wird das andere Ende bei B_3 auf maximale Intensität des austretenden divergierenden Strahles eingestellt.

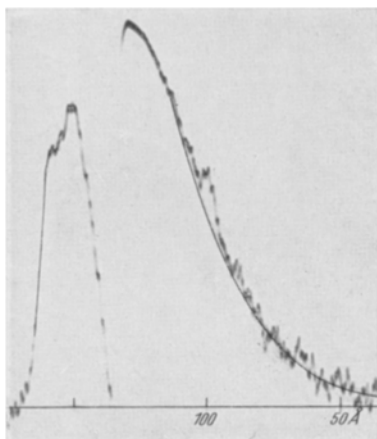


Abb. 8. Koaguliertes, länger gelagertes Seidengel. Präparatabstand 147,5 mm. Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit 13,7 Stdn. Die Primärstrahlänge war auf 1 mm eingeschränkt, also nur geringfügige Spaltverschmierung.

III. Beschreibung einiger Versuche.

Im folgenden sollen einige mit der beschriebenen Anordnung durchgeführte Versuche wiedergegeben werden. Die Aufnahmen entstammen Untersuchungen, über die zum Teil gemeinsam mit *A. Sekora*, *G. Porod* und *E. Schauenstein*¹⁰ schon kurz berichtet wurde, und zum Teil in nächster Zeit ausführlicher zu berichten ist. Die hier wiedergegebenen Photometerkurven seien zur Illustration einiger verschiedener Anwen-

dungen des Verfahrens verwendet, ohne Vornahme einer vollständigen Auswertung. Die Photometerkurve Abb. 6a ist von der Aufnahme eines 22%igen Gels von Seidenfibroin erhalten worden, das nach *Coleman* und *Howitt*¹¹ unter „Renaturierung“ gelöst wurde und durch Stehenlassen Gelatinierung erfahren hat. Das Gel befand sich in einer Küvette¹². Der Eintrittsspalt Sp zwischen B_1 und B_2 war 0,11 mm breit, der Abstand Präparat-Film betrug 142 mm, die Belichtungszeit 8,1 Stdn. Der Primärstrahl wurde schon 25 mm vor dem Film abgefangen, um die Luftstreuung

¹⁰ *O. Kratky*, *G. Porod*, *E. Schauenstein* und *A. Sekora*, Mh. Chem. **85**, 461 (1954).

¹¹ *D. Coleman* und *F. O. Howitt*, Proc. Roy. Soc. London, Ser. A **190**, 145 (1946).

¹² Beschrieben bei *L. Kahovec* und *E. Treiber*, Z. Elektrochem. **55**, 437 (1951).

zu unterdrücken. Demgemäß zeigt die Aufnahme ein Halbschatten-gebiet, daran kenntlich, daß die Streuung erst bei einem Winkel, entsprechend dem *Braggschen* Werte von 1000 \AA , ihre volle Intensität erreicht, während die Primärstrahlgrenze bei 1500 \AA liegt. Die Blindaufnahme Abb. 6b, hergestellt mit der gleichen, jetzt aber mit reinem Wasser gefüllten Küvette, läßt die völlige Freiheit von Störstreuerungen aller Art erkennen. Der klare Untergrund beginnt bei 1500 \AA . Die Verwendung einer Vakuumkamera — die im Bau ist — wird bei gleichen

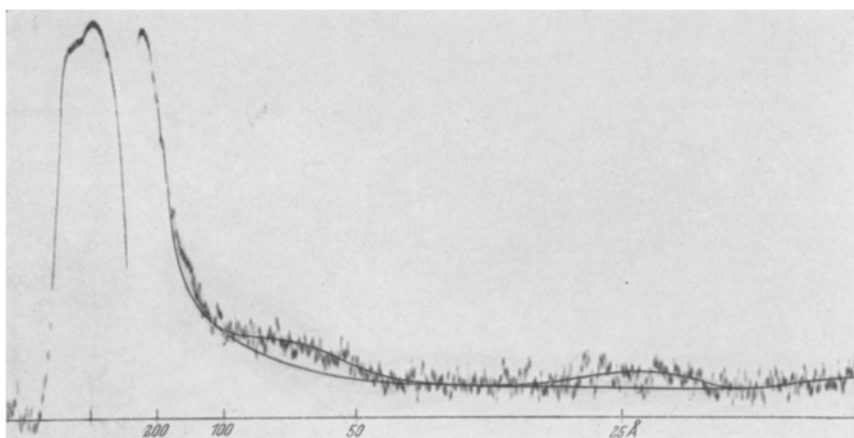


Abb. 9. Getrocknetes, koaguliertes Seidengel, Präparatabstand $147,5 \text{ mm}$; Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit $24,5 \text{ Stdn.}$

Aufnahmebedingungen die Vermessung bis zu diesem Winkel ermöglichen. Die besonders einfache Beschaffenheit der Kamera erleichtert den Einbau in ein Vakuumgehäuse außerordentlich.

Die Streuung zeigt einen Anstieg bis zu den kleinsten vermessenen Winkeln, woraus auf sehr große Teilchen geschlossen werden kann.

Bei der noch feineren Ausblendung in Abb. 7, die von einer noch klaren $10,34\%$ igen Seidenlösung stammt, betrug die Belichtungszeit 86 Stdn. Das Streuvermögen ist also sehr viel geringer als bei der bereits gelierten Lösung von Abb. 6.

Abb. 8 zeigt das gleiche 22% ige Seidengel, von dem Abb. 6 stammt, nach längerer Aufbewahrung. Es ist ein zwar schwaches, jedoch *sehr scharfes Maximum* bei etwa 100 \AA feststellbar, welches auf eine *sehr hohe Regelmäßigkeit in der Geometrie des Gels* hinweist, was wieder nur durch Annahme von Teilchen sehr einheitlicher Größe zu erklären ist. Die Auflösung bei dieser Aufnahme war weniger groß, wie aus der Skala auf der Abszisse zu ersehen ist. Die Breite des Eintrittspaltes ist

0,28 mm, die Länge wurde, um das Maximum nicht zu verwischen, auf 1 mm begrenzt. Die Belichtungszeit betrug 13,7 Stdn.

Beim Trocknen wandert die Interferenz und ändert sich das Bild, wie bereits in einer vorangegangenen Mitteilung beschrieben wurde¹⁰. Eine entsprechende Aufnahme zeigt Abb. 9. Neben der stärksten Interferenz bei etwa 70 Å beobachten wir hier noch eine zweite ziemlich scharfe bei 140 Å und eine dritte unscharfe bei etwa 24 Å. Es zeichnen sich hier offenbar bemerkenswerte Regelmäßigkeiten ab.

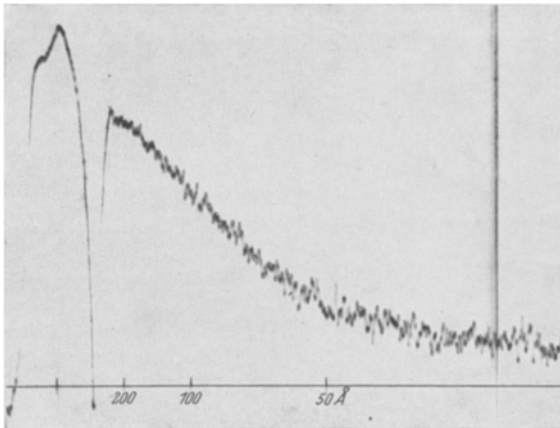


Abb. 10. 16%ige Lösung von γ -Globulin, Präparatabstand 149,5 mm, Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit 7,5 Stdn.

Abb. 10 stammt von einer 6%igen Lösung von γ -Globulin, bei welcher die absolute Streuintensität im mittleren Streubereich gemessen werden sollte. Durch Wahl eines weiten Eintrittsspalt und Verwendung einer kürzeren Kamera, als sie Abb. 4 zeigt, ist die Belichtungszeit, im Hinblick auf das schlechte Streuvermögen von Lösungen globularer Eiweißstoffe, verhältnismäßig kurz: 7,5 Stdn. Die Auflösung reicht aber aus, um die zur Dickenbestimmung der stäbchenförmigen Moleküle erforderlichen Intensitäten im Bereiche von 50 bis 200 Å zu messen.

Abb. 11 zeigt die Photometerkurve des Diagramms eines frisch gefällten Cellulosefadens (*Hermans-Faden*) bei mittlerer Auflösung. Eintrittsspalt Sp 0,28 mm, Belichtungszeit 2,2 Stdn. Der Anstieg ist viel weniger steil als bei sogenannten luftgequollenen Fäden, wo sich im gleichen Winkelintervall der Schwärzungsanstieg über Größenordnungen erstreckt¹³. Daraus ist qualitativ zu schließen, daß in der Anordnung

¹³ Vgl. G. Janeschütz-Kriegl, O. Kratky und G. Porod, Z. Elektrochem. 56, 146 (1952).

der in ihrer Dicke nicht sehr stark streuenden lamellenförmigen Mizellen eine gewisse Regelmäßigkeit herrscht.

Die Aufnahmen zeigen insgesamt, daß die Röntgenkleinwinkeluntersuchung der makromolekularen Lösungen und der organischen Kolloide mit der neuen Anordnung ohne Schwierigkeiten erfolgreich durchgeführt werden kann. Trotz der Verwendung einer gewöhnlichen Röntgenanlage (Fabrikat der Philips-Export-Corporation) und rein monochromatischer Strahlung können in durchaus tragbaren Belichtungszeiten gut durch-exponierte Diagramme bei einer Vermeßbarkeit bis zu genügend kleinen Winkeln erhalten werden.

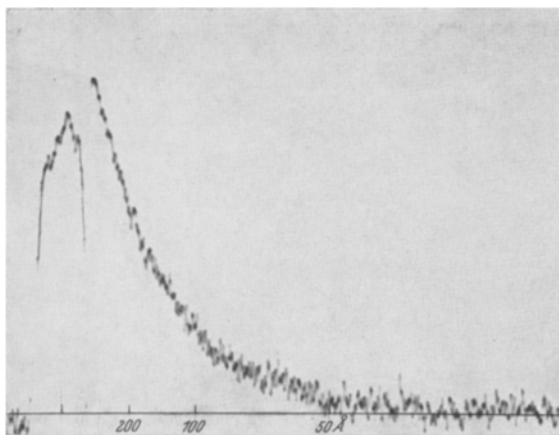


Abb. 11. Frischgefällter, gequollener Cellulosefaden vom Quellungsgrad 7. Präparatabstand 148 mm, Übersetzungsverhältnis in der Reproduktion 1:2, Belichtungszeit 2,2 Stdn.

Bei einer exakten Auswertung des allerinnersten Teiles der Streukurve stören noch zwei Umstände:

1. Das Auftreten eines Halbschattengebildes, das aber, wie oben erwähnt, sofort in Wegfall kommen wird, sobald eine Vakuumkamera zur Verfügung steht;

2. die geometrisch nicht genügend gut definierte Schwärzungsverteilung innerhalb des Primärstrahles, die von Unvollkommenheiten des Monochromatorkristalls herrührt. Diesem Einfluß ist durch eine exakte rechnerische „Entschmierung“¹⁴ der Kurve beizukommen, doch erfordert dies viel Mühe. Es sind Versuche im Gange, die eine experimentelle Beseitigung dieser Ungleichmäßigkeit erhoffen lassen. Bei einem Vergleich mit dem Filterdifferenzverfahren muß immerhin zu dessen Gunsten

¹⁴ Vgl. O. Kratky, G. Porod und L. Kahovec, Z. Elektrochem. 55, 53 (1950).

angeführt werden, daß dort die gleiche Schwierigkeit nicht auftritt und tatsächlich die Primärstrahlen einen sehr ausgeglichenen Schwärzungsverlauf zeigen (vgl. I. Mitt., Abb. 5 und 6).

Es sei auch an dieser Stelle der *Rockefeller-Foundation* für die Bereitstellung von Geräten für die Mechanikerwerkstätte, deren Besitz für die Durchführung der vorliegenden Untersuchungen sehr wesentlich war, der besondere Dank ausgesprochen.

Herr *Sembach* hat uns bei der Herstellung der Photometerkurven bestens unterstützt und dem Institutsmechaniker Herrn *Harzl* verdanken wir bei der Planung der von ihm gebauten Kamera manch nützlichen Ratschlag. Die Firma *Herzstark* (Wien) hat durch ausgezeichnete Durchführung der Schleifarbeiten wesentlich zum Erfolg dieser Entwicklung beigetragen. Allen Genannten sei herzlich gedankt.