

## Röntgen-Kleinwinkelstreuung an Beryllium

Von

**H. Brumberger** und **B. Cheng\***

Department of Chemistry, Syracuse University, Syracuse, New York 13210

Mit 2 Abbildungen

(Eingegangen am 2. Mai 1968)

Im Zuge von Röntgen-Kleinwinkelstreuungsuntersuchungen an verschiedenen Systemen erprobten wir auch die Verwendung von Zellenfenstern aus Beryllium wegen ihrer relativen Unempfindlichkeit, Durchlässigkeit für die Kupfer-K $\alpha$ -Strahlung und leichten Handhabbarkeit. Wir fanden dabei, daß Beryllium selbst ein starkes Streuvermögen in dem uns interessierenden Winkelbereich besitzt. Im Folgenden sei über einige weitere Untersuchungen zu dieser Erscheinung berichtet.

Die Röntgen-Kleinwinkelstreuung dreier Berylliumproben wurde mit einer hochauflösenden Kratky-Kamera<sup>1</sup>, Nickel-gefilterter Kupfer-K $\alpha$ -Strahlung und Puls-Höhendiskriminator gemessen. Alle Streukurven wurden auf den Instrumentenuntergrund, entsprechend auf die Absorption der Probe eingestellt, korrigiert. Die Intensitäten  $\tilde{I}$  sind nicht auf Spaltlängenverzerrung korrigiert, da es die Kamerageometrie uns erlaubte, den Primärstrahl am Detektorspalt als „unendlich lang“<sup>2</sup> zu betrachten; unter diesen Bedingungen<sup>3</sup> können alle relevanten theoretischen Beziehungen in Termen von  $\tilde{I}$  ausgedrückt werden.

Die von der streuenden Probe geschwächte Intensität  $\sum P_s$  des Primärstrahls pro Längeneinheit des Strahls in der Ebene des Detek-

---

\* Teile dieser Arbeit wurden von *B. Cheng* als Master Thesis dem Department of Chemistry, Syracuse University, 1967, vorgelegt.

<sup>1</sup> *O. Kratky* und *Z. Skala*, *Z. Elektrochem.* **62**, 73 (1958).

<sup>2</sup> *O. Kratky*, *G. Porod* und *Z. Skala*, *Acta Physica Austriaca* **13**, 76 (1960).

<sup>3</sup> *G. Porod*, *Kolloid-Z.* **124**, 83 (1951).

tors bestimmten wir mit Hilfe einer kalibrierten Standard-Streuungsprobe aus „Lupolen“\* (Polyäthylen der Badischen Anilin- & Soda-fabrik AG.). Das Verfahren ist in der Literatur<sup>4</sup> ausführlichst beschrieben worden und soll hier daher nicht weiter diskutiert werden.

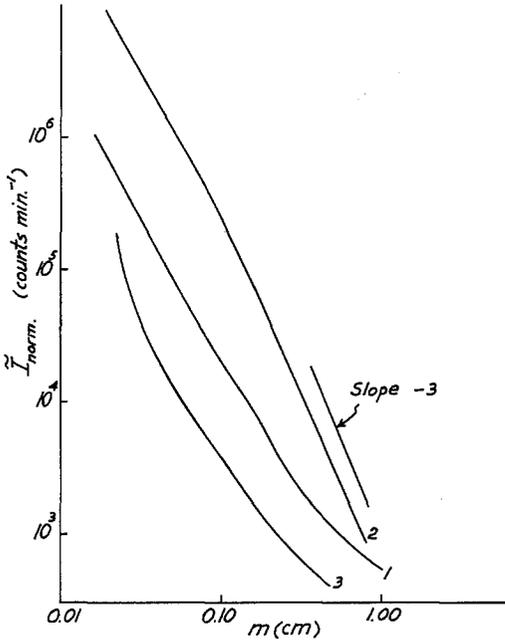


Abb. 1

Abb. 1.  $\log I(m)/\log m$  — Kurven für drei Berylliumproben

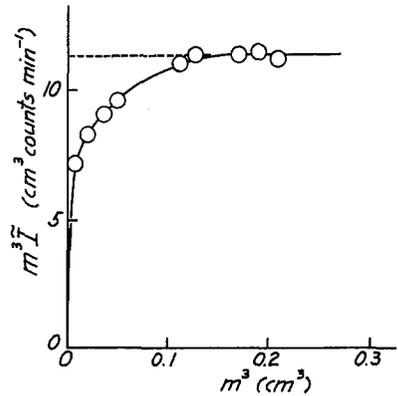


Abb. 2

Abb. 2.  $I(m) m^3/m^3$  — Kurve (nicht auf die Probenschichtdicke bezogene Streuwerte) der Probe Nr. 2

Abb. 1 zeigt typische Streukurven der drei Berylliumproben; die Kurven sind unter Verwendung des Faktors  $t e^{-\mu t}$ , worin  $t$  die Dicke der Proben und  $\mu$  den Absorptionskoeffizienten bedeutet, auf die Probenschichtdicke bezogen. Wie man daraus ersehen kann, streut Probe Nr. 2, die nach einem pulvermetallurgischen Verfahren\*\* hergestellt ist,

\* Wir danken Herrn Prof. Dr. O. Kratky für die kalibrierte Lupolenprobe.

\*\* Im Handel erhältliches Röntgenröhrenfenster.

<sup>4</sup> O. Kratky, I. Pilz und P. J. Schmitz, J. Coll. and Interface Sci. **21**, 24 (1966); I. Pilz und O. Kratky, ebenda **24**, 211 (1967).

stärker als die nach Gießverfahren hergestellten Proben Nr. 1 und Nr. 3\*.

In einem Ausmaß von nahezu der Hälfte des untersuchten Winkelbereiches weist die Kurve der Probe Nr. 2 eine Neigung von  $-3$  auf. Dieses Ergebnis legt den Gedanken nahe, daß der Versuch einer Erklärung der Beobachtungen an dieser Probe am besten auf der Grundlage eines Zwei-Phasen-Modells (d. h. Lochstellen und Festphase) erfolgen sollte, da bei einem solchen Modell die Theorie bei genügend großen Winkeln<sup>3</sup> eine inverse Abhängigkeit der Intensität  $\tilde{I}$  von der dritten Potenz des Streuwinkels  $2\theta$  voraussagt. Eine derartige Annahme ist für ein gesintertes Pulverpräparat nicht unvernünftig und bietet eine von mehreren Möglichkeiten, die beobachteten Ergebnisse zu erklären und die Probe zu charakterisieren. Bedeutet  $\Delta\rho$  die Differenz der Elektronendichten zwischen den beiden Phasen,  $\phi_A$  und  $\phi_B$  die Volumsanteile der Phasen  $A$  und  $B$ , und  $\langle\delta\rho^2\rangle$  das mittlere Quadrat der Elektronendichteschwankung, so gilt nach Porod<sup>3</sup>

$$\langle\delta\rho^2\rangle = \phi_A \phi_B (\Delta\rho)^2 \quad (1)$$

$$\langle\delta\rho^2\rangle = \frac{60 \tilde{Q}}{DR \Sigma P_s} \quad (2)$$

worin  $\tilde{Q} = \int_0^\infty \tilde{I}(m) m dm$ ,  $D$  die Probendicke (in cm),  $R$  der Abstand zwischen der Probe und dem Detektorspalt (in cm) und  $m$  die Verstellung des Zählerspaltcs gegen seine Nullwinkelstellung (in cm) bedeutet. Bei kleinen Winkeln gilt ferner  $2\theta = m/R$ . Bezeichnet man mit  $\tilde{k}$  den Grenzwert von  $m^3 \tilde{I}(m)$  bei hinreichend großen Winkeln [erhältlich aus dem horizontalen Anteil der Kurve  $\tilde{I}(m)m^3$  gegen  $m^3$ ], so kann man zeigen<sup>3</sup>, daß  $S/V$  (das Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis in  $\text{\AA}^{-1}$ ) für Kupfer-K $\alpha$ -Strahlung (1,54  $\text{\AA}$ ) gegeben ist durch

$$\frac{S}{V} = \frac{16,32}{R} \cdot \frac{\tilde{k}}{\tilde{Q}} \cdot \phi_A \phi_B \quad (3)$$

Schließlich kann für die Bereiche jeder Phase noch ein Größenparameter durch die Beziehung

$$\langle l_A \rangle = \frac{4 \phi_A V}{S} \quad (4)$$

definiert werden.

\* Wir verdanken Probe Nr. 1 (Vakuum-gegossen und aus dem Gußstück geschnitten) Mr. *F. A. Crossley* von der Armour Research Foundation und Probe Nr. 3 (kalt gewalzt aus gegossenem Barren) Mr. *J. F. Szymanski* von der Beryllium Corporation.

Bei der Anwendung dieser Überlegungen auf die Probe Nr. 2 erhält man die folgenden Größen:

$\langle \delta\rho^2 \rangle$ (Mol-Elektronen $\text{cm}^{-3}$ ) <sup>2</sup>	$3,96 \cdot 10^{-3}$
$\phi_{\text{Loch}}$ (%)	0,60
$S_{\text{sp}}$ ( $\text{m}^2 \text{gm}^{-1}$ )	0,44
$l_{\text{Loch}}$ (Å)	296

Die Ergebnisse lassen vermuten, daß das Modell für die gegossenen Proben wahrscheinlich nicht zutrifft: Die Invarianten sind eine Größenordnung kleiner und führen zu so kleinen Lochstellenanteilen, daß sie bedeutungslos sind. Mit größerer Wahrscheinlichkeit ist die um so vieles weniger intensive Streuung dieser Proben auf Spannungen oder andere Ursachen (z. B. doppelte Braggsche Streuung) zurückzuführen.

Die Streuung der Probe Nr. 2 kann andererseits auch durch das Vorliegen einer zweiten Phase aus Berylliumoxid interpretiert werden; schon die Anwesenheit von etwa 1% des Oxids würde die Streuung erklären, jedoch eine etwas größere Dichte als die beobachtete erfordern.

Die beschriebene Methode erscheint zu einer Charakterisierung derartiger Materialien geeignet und kann in Verbindung mit anderen, unabhängige chemische Beweise liefernden Methoden nützliche charakteristische Parameter liefern.