

statistischer Anregung, jedoch ist die Theorie dieses Verfahrens noch nicht so ausgebaut, daß abzusehen ist, welche Aussagen den Messungen bei komplizierteren Vorgängen zu entnehmen sind.

Für die Anregung zu dieser Arbeit, sowie für ihr dauerndes förderndes Interesse an ihr bin ich meinen verehrten Lehrern, Herrn Prof. Dr. W. HANLE und

Herrn Privatdozent Dr. A. SCHMILLEN, zu größtem Dank verpflichtet.

Die Durchführung der Arbeit wurde durch finanzielle Beihilfen und Sachspenden der Deutschen Forschungsgemeinschaft, des Fonds der Chemie; der Firmen Farbwerke Höchst, Frankfurt a. M.-Höchst; Pfeiffer, Wetzlar; Telefunken, Ulm, AEG, Berlin, und eine großzügige Stiftung der Hessischen Elektrizitätswerke ermöglicht.

NOTIZEN

Zur Messung von Fourier-Koeffizienten aus dynamischen Elektronenbeugungseffekten an dünnen Einkristallen

Von S. HAUSSÜHL

Aus dem Mineralogischen Institut der Universität Tübingen
(Z. Naturforsch. 11 a, 1036—1037 [1956]; eingeg. am 27. Oktober 1956)

Bei der Durchstrahlung sehr dünner, planparalleler Einkristallblättchen mit einem konvergenten Elektronenbündel kann man bekanntlich das Verhalten der Interferenzfunktion der primären und der sekundären Elektronenwellen in einem größeren Winkelbereich besonders übersichtlich beobachten. Messungen an den hierbei auftretenden KOSSEL-MÖLLENSTEDTSchen Nebeninterferenzstreifen durch KOSSEL und MÖLLENSTEDT^{1,2} an Glimmer sowie durch ACKERMANN³ an Glimmer und Bleijodid ergaben Abweichungen von den Werten, die von der dynamischen Theorie des Zweistrahlalles gefordert werden.

Zur Aufklärung dieser Abweichungen wurde nun untersucht, ob die von MACGILLAVRY⁴ erstmals benutzte Näherungsformel der dynamischen Theorie des Zweistrahlalles in Bereichen, die nur wenig von anderen Reflexen gestört sind, die Lage der Minima der Nebestreifen richtig beschreibt. Diese Messungen wurden an dynamisch besonders starken Reflexen vorgenommen, da dort diese Effekte am deutlichsten in Erscheinung treten.

Für diesen Zweck wurde zunächst versucht, weitere besonders stark streuende Materialien für das vorliegende Verfahren des konvergenten Bündels zu präparieren. Es gelang, dünne brauchbare Einkristall-LamelLEN von mehreren mm² Querschnitt durch Sublimation aus CdJ₂, CdBr₂ und HgBr₂, durch Abspalten aus natürlichem MoS₂ und künstlichem NaCrS₂ herzustellen. Für die Präzisionsmessungen erwiesen sich am besten geeignet MoS₂, CdJ₂ und das früher schon untersuchte PbJ₂, das man durch Eindunsten einer wässrigen Lösung mit Zusatz von Patentblau V nach PFISTER⁵ oder

nach eigenen Versuchen auch mit Sulforhodamin G extra bzw. Brillantwollblau G extra in mehreren cm² großen Kristallblättern herstellen kann.

Zunächst wurden Serien von Präparaten verschiedener Dicke von 350 Å bis 1800 Å bei Strahlspannungen von 35 bis 85 kV durchstrahlt, um einen Überblick über den Einfluß von Präparatdicke und Elektronenwellenlänge auf das gesamte Interferenzbild zu gewinnen. Es zeigte sich — wie man es auch aus der geometrischen Interferenztheorie erwarten muß — ein kontinuierlicher Übergang vom Beugungsphänomen des Strichgitters bzw. Kreuzgitters zum allmählichen Einsetzen der 3. LAUE-Bedingung mit zunehmender Kristalldicke. Bei einer Dicke von etwa 2000 Å bleibt schließlich nur noch das äußerst feingezeichnete System der KIKUCHI-Linien bestehen. Die bei einer Dicke von etwa 600 Å noch vollständigen Reflexscheiben versinken dagegen im allgemeinen Streuuntergrund.

Neben einer Reihe von Ausfallserscheinungen, die hier nicht näher beschrieben werden können, wurde an vielen Aufnahmen beobachtet, daß die BRAGG-Linien starker Reflexe auch außerhalb der direkten Reflexscheiben von Nebestreifen begleitet werden. Das deutet darauf hin, daß die außerhalb der Reflexscheiben gelegene Streuintensität eine erhebliche kohärente Komponente bei diesen dünnen Kristallen besitzen muß.

Zur Prüfung der Näherungsformel des dynamischen Zweistrahlalles wurden aus einigen hundert Aufnahmen besonders scharf gezeichnete ausgesucht, und die Nebestreifen am dynamisch starken Reflexband (1120) in solchen Gebieten vermessen, die frei von starken Störreflexen sind. (Eine derartige Aufnahme an MoS₂ zeigt Abb. 1 *.) Die Messungen an den Minima dieser Streifen bei Präparatdicken von 350 bis 1000 Å und bei Strahlspannungen von 35 bis 85 kV ergaben nun, daß in nur schwach gestörten Bereichen der Zweistrahlfall der dynamischen Theorie sehr gut erfüllt ist. Die aus den Messungen mit Hilfe der genannten Näherungsformel ermittelten FOURIER-Koeffizienten stimmten untereinander innerhalb einer Fehlerbreite von weniger als 2% überein. Die zugehörigen Dicken ließen sich

¹ G. MÖLLENSTEDT, Ann. Phys., Lpz. 40 (5), 39 [1941].

² W. KOSSEL u. G. MÖLLENSTEDT, Ann. Phys., Lpz. 42 (5), 287 [1942].

³ I. ACKERMANN, Ann. Phys., Lpz. 2 (6), 41 [1948].

⁴ C. H. MACGILLAVRY, Physica 7 (Nr. 4), 329 [1940].

⁵ H. PFISTER, Ann. Phys., Lpz. 11 (6), 240 [1953].

* Abb. 1 auf Tafel S. 1034 a.



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

hierbei mit einer Genauigkeit von etwa 1% festlegen. (Die gemessenen FOURIER-Koeffizienten sind bei MoS_2 : $v(11\bar{2}0) = 5,4$ Volt; bei PbJ_2 : $v(11\bar{2}0) = 8,9$ Volt.)

Aus den vorliegenden Messungen geht also hervor, daß die Näherungsformel des dynamischen Zweistrahl-

falles auch bei stark dynamisch wirksamen Materialien sicherlich in schwach gestörten Bereichen bei Präparatdicken von 350 bis 1000 Å und Strahlspannungen von 35 bis 85 kV zur Bestimmung von FOURIER-Koeffizienten und Dicken benutzt werden kann.

Die beiden Antimonisomere mit der Massenzahl 128

VON I. FRÄNZ, J. RODRIGUEZ UND R. RADICELLA

Laboratorios de Radioquímica de la Comisión Nacional de la Energía Atómica, Buenos Aires

(Z. Naturforschg. 11 a, 1037–1038 [1956]; eingeg. am 17. November 1956)

Dem von den Autoren untersuchten Antimonisotop von $10,3 \pm 0,3$ min Halbwertszeit¹ wurde in verschiedenen Veröffentlichungen die Massenzahl 126² oder 130^{1,3,4} zugeordnet. Durch die Untersuchung der γ -Spektren kurzlebiger Antimonisotope konnte dieses Problem gelöst werden. Es gibt nicht nur ein kurzlebige Antimonisotop in diesem Massenzahlbereich, sondern drei Isotope, die vergleichbare Halbwertszeiten haben. ^{126}Sb mit 18,8 min Halbwertszeit⁵, ^{128}Sb mit 10,3 min Halbwertszeit und ^{130}Sb mit 10–12 min Halbwertszeit⁶. Die Zuordnung der Massenzahlen wurde dadurch ermöglicht, daß im vergangenen Jahr die Zerfallschemen von ^{126}J ⁷ und ^{128}J ⁸ studiert wurden und daß die getrennten Tellurisotope ^{126}Te , ^{128}Te und ^{130}Te direkt angeregt wurden^{9,10}. Übereinstimmend wurde als erstes angeregtes Niveau von ^{126}Te 650–680 keV, von ^{128}Te 750–760 keV und von ^{130}Te 830–850 keV gefunden.

Das Antimonisotop von 10,3 min Halbwertszeit läßt sich von seiner Muttersubstanz, dem Spaltzinn von 57 min Halbwertszeit, sehr rein abtrennen. Seine Untersuchung in einem Einkanalzintillationsspektrometer ergab zwei Hauptlinien bei 750 keV und bei 320 keV. Bei 650 bzw. 830 keV waren keine Linien nachweisbar. Man muß daher der Isobarenreihe 57 min-Zinn \rightarrow 10,3 min-Antimon die Massenzahl 128 zuordnen.

Dieses Antimonisotop ^{128}Sb läßt sich auch durch Bestrahlung von Tellur mit Neutronen oder Deuteronen erzeugen. Dabei bildet sich gleichzeitig ein Antimonisotop von 9,6 h Halbwertszeit, das erstmalig von BARNES² als Spaltprodukt nachgewiesen wurde. Auf Grund der Verschiebung der Spaltausbeute bei der Bestrahlung mit schnellen und langsamen Neutronen ordnete er ihm die Massenzahl 126 zu. Bei der Untersuchung seines γ -Spektrums fanden wir jedoch neben einigen schwächeren Linien von höherer Energie die gleichen Linien von 750 bzw. 320 keV wie bei dem ^{128}Sb von

10,3 min Halbwertszeit. Man muß daher dem Antimonisotop von 9,6 h Halbwertszeit ebenfalls die Massenzahl 128 zuordnen.

Zur Bestimmung des Verzweigungsfaktors, mit dem sich die beiden Isomere aus ^{128}Sn bilden, wurde eine Intervalltrennung des vom Spaltzinn nachgebildeten Antimons gemacht. Der Vergleich der Aktivitäten des kurzlebigen und des langlebigen Isomers ergab $\sim 3\%$ für die Bildung des langlebigen Isomers.

Die Analogie mit ^{122}Sb , ^{124}Sb und ^{126}Sb spricht dafür, daß das 10,3 min-Antimon der metastabile Zustand und das 9,6 h-Antimon der Grundzustand von ^{128}Sb sind, wobei es möglich ist, daß sich der Grundzustand ganz oder teilweise aus dem angeregten Zustand bildet. Diese Hypothese wird unterstützt durch die Beobachtung, daß sich das kurzlebige Isomer auch in einem nicht reduzierenden Medium immer in dreiwertiger Form bildet, während das langlebige Isomer häufig auch fünfwertig aufzutreten scheint.

Experimentelles: Die Uranspaltungen sowie die (d, α)-Prozesse wurden mit den 28 MeV-Deuteronen des Synchrozyklotrons der CNEA in Buenos Aires durchgeführt, zur Erzeugung von Neutronen wurde ein Berylliumtarget verwandt.

Von dem bestrahlten Uran wurde Spaltzinn radiochemisch rein abgetrennt und in Salzsäure als Fluorokomplex in Lösung gehalten. Nach Zugabe von Sb^{III} und Sb^{V} wurde in der Hitze mit Hydrazinchlorid reduziert, wodurch der schwache Fluorokomplex des fünfwertigen Antimons zerstört wurde, während der Fluorzinnkomplex erhalten blieb. Die Anwesenheit von Hydrazinchlorid in der Lösung beeinträchtigt eine Schwefelwasserstofffällung nicht, so daß sofort nach der Reduktion Sb_2S_3 gefällt werden konnte. Auf diese Weise konnte eine fast quantitative Trennung des drei- und fünfwertigen Antimons von vierwertigem Zinn erreicht werden. Bei den Intervalltrennungen wurden Reduktion und Schwefelwasserstofffällung zu geeigneten Zeitpunkten wiederholt. Für Kontrollmessungen der γ -Spektren sowie für die Messung des Verzweigungsverhältnisses wurde das Antimonsulfid erneut in Salzsäure gelöst, und durch Zugabe von Zink wurde Antimonwasserstoff erzeugt, der in Silbernitratlösung eingeleitet wurde, wobei sich Antimonsilber bildete. Diese Methode garantiert eine hohe radiochemische Reinheit,

¹ I. FRÄNZ, J. RODRIGUEZ U. H. CARMINATTI, Z. Naturforschg. 10 a, 82 [1955].

² J. W. BARNES U. A. J. FREEDMAN, Phys. Rev. 84, 365 [1951].

³ J. W. BARNES, Private Mitteilung 1952.

⁴ A. C. PAPPAS, Techn. Rep. 63, MIT [1953].

⁵ I. FRÄNZ, R. RADICELLA U. J. RODRIGUEZ, Z. Naturforschg. 11 a, 1038 [1956]; nachstehende Notiz.

⁶ A. C. PAPPAS, J. Inorganic. Nuclear Chem. 2, 69 [1956].

⁷ L. KOERTS, P. MACKLIN, B. FARRELY, R. v. LIESHOUT U. C. S. WU, Phys. Rev. 98, 1231 [1955].

⁸ N. BENCZER, B. FARRELY, L. KOERTS U. C. S. WU, Phys. Rev. 101, 1027 [1956].

⁹ R. M. SINCLAIR, Phys. Rev. 102, 461 [1956].

¹⁰ N. P. HEYDENBURG U. G. M. TEMMER, Bull. Amer. Phys. Soc. 1, No. 4, 164 C 3 [1956].