

Die Absorption weicher Röntgen-Strahlen in der Umgebung der Mg K-Kante in Magnesium

Von ERWIN BAURMANN und KURT ULMER

Physikalisches Institut der Technischen Hochschule Karlsruhe
(Z. Naturforsch. 12 a, 670–671 [1957]; eingegangen am 22. Juni 1957)

Die Absorption von RÖNTGEN-Strahlen in Magnesium ist bisher nur für Wellenlängen kleiner als 1 Å und größer als 100 Å gemessen worden¹. Für das dazwischenliegende Gebiet existieren unseres Wissens keine Angaben. Es erschien daher erwünscht, diese Lücke auszufüllen.

Im folgenden werden Messungen der Massenabsorptionskoeffizienten zwischen 7 und 24 Å in Magnesium beschrieben und eine Abschätzung des Absorptions-sprunges an der Mg K-Kante gegeben.

Die Erzeugung der zu den Messungen verwendeten monochromatischen RÖNTGEN-Strahlung erfolgte auf zwei verschiedene Arten^{2, 3}:

1. durch Fluoreszenzanregung der K-Strahlung der Elemente Silicium⁴, Aluminium, Magnesium und Natrium⁵,

2. durch spektrale Zerlegung der Strahlung verschiedener Antikathoden in einem Vakuumgitterspektrometer⁶.

In den völlig im Vakuum verlaufenden Strahlengang wurden zur Messung der Absorption Magnesiumfolien von 2 bis 16 μ Dicke eingebracht und die Intensitäten ohne und mit dazwischengeschalteter Absorptionsfolie mit einem Auslösezählrohr gemessen, dessen Eintrittsfenster gegen das Vakuum mit einer etwa 200 mμ dicken Zaponlackfolie verschlossen war. Der Füllgasdruck im Zählrohr wurde entsprechend der verschiedenen Absorbierbarkeit der jeweiligen Strahlung variiert, um immer optimale Verhältnisse zu haben. Der mittlere statistische Fehler der Messungen beträgt etwa 3%.

Die RÖNTGEN-Fluoreszenzstrahlung erwies sich innerhalb der Meßgenauigkeit als monochromatisch, wie durch Untersuchung der Absorption verschieden dicker Folien festgestellt wurde. Die Anteile der K_α- und K_β-Linien ließen sich also durch Messung nicht voneinander trennen. Da bei der Fluoreszenzanregung jedoch diskrete Linien vorliegen, konnte auf Grund der bekannten Intensitätsverhältnisse im Primärstrahl⁷ auf reine K_α-Strahlung korrigiert werden. Diese Korrektur ist bei der zweiten Methode der spektralen Zerlegung am Gitter nicht möglich, da infolge der hier angewendeten Anregung nicht nur K-Strahlung vorliegt.

Die Spektren, von denen eines in Abb. 1 wiedergegeben ist, zeigen außer der K- bzw. L-Strahlung des Antikathodenmaterials stets auch die O K- und die C K-

Strahlung, die infolge Oxydation und Kohlenstoffniederschlägen auf der Antikathode ebenfalls erregt werden. Während die Oxydhaut sich bereits vor Inbetriebnahme

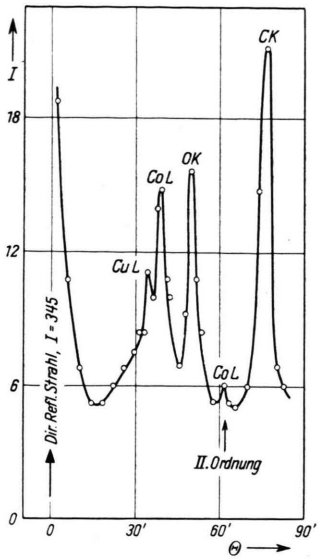


Abb. 1. Spektrum der Kobaltantikathode (elektrolytisch auf Kupfer niedergeschlagen; Inzidenzwinkel 30°; Θ Dispersionswinkel, I Intensität [willkürliche Einheiten]).

der Röhre an der Luft bildet, wird der Kohlenstoffbelag erst durch das Elektronenbombardement aus den immer vorhandenen Fettdämpfen erzeugt. In einigen Spektren war auch die W M-Strahlung nachweisbar, die von verdampftem Wolfram der Kathodenwendel her-rührte.

Strahlung	λ Å	μ/q 10 ³ cm ² g ⁻¹	F*/S**
Si K	7,1	2,68 ± 0,06	F
Al K	8,3	4,26 ± 0,06	F
Al K	8,3	4,12 ± 0,15	S
Mg K	9,9	0,51 ± 0,04	F
Na K	11,9	0,90 ± 0,04	F
Cu L	13,3	1,34 ± 0,04	S
Ni L	14,6	1,80 ± 0,09	S
Co L	16,0	2,18 ± 0,09	S
Fe L	17,6	3,00 ± 0,12	S
O K	23,6	6,90 ± 0,20	S

* F = Fluoreszenzstrahlung

** S = spektrometr. Messungen

Tab. 1. Massenabsorptionskoeffizienten zwischen 7 und 24 Å in Magnesium.

¹ H. W. B. SKINNER u. J. E. JOHNSTON, Proc. Roy. Soc., Lond. A 161, 420 [1937].

² E. BAURMANN, Dissertation Technische Hochschule Karlsruhe 1955.

³ H. NEFF, Z. Phys. 131, 1 [1951].

⁴ SiO₂, O K-Strahlung ausgefiltert.

⁵ NaCl, Röhrenspannung kleiner als 2620 Volt, um die Anregung der Cl K-Strahlung zu vermeiden.

⁶ Ebenes, platinbedampftes Glasgitter, Gitterkonstante 10 μ

⁷ M. SIEGBAHN u. A. ŽAŽEK, Ann. Phys., Lpz. 71, 187 [1923] — H. T. MEYER, Wissenschaftliche Veröffentlichungen aus dem Siemenskonzern 7, 108 [1929]. — A. E. LINDH, Handbuch der Experimentalphysik 24 (2), 269 [1930]. — H. KÜSTNER, Z. Phys. 70, 332 [1931]. — H. A. BETHE, Handbuch der Physik 24 (1), 469 [1933].



Die ermittelten Massenabsorptionskoeffizienten μ/ρ sind in der Tabelle zusammengestellt. Aus Abb. 2, welche die Abhängigkeit des Massenabsorptionskoeffizienten von der Wellenlänge wiedergibt, lassen sich die Konstanten c und m des BRAGG-PEIRCESCHEN Gesetzes⁸ $\mu/\rho = c \lambda^m$ bestimmen. Es ergibt sich

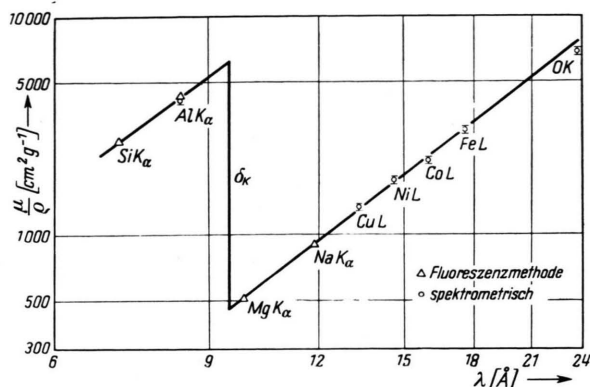


Abb. 2. Massenabsorptionskoeffizienten in Magnesium.

⁸ M. u. L. DE BROGLIE, Physik der RÖNTGEN- und Gammastrahlen, Leipzig 1930, S. 89.

$$\mu/\rho = 9,2 \cdot \lambda^{2,9} \quad \text{für } \lambda < \lambda_{\text{Mg K}}$$

$$\mu/\rho = 0,54 \cdot \lambda^{3,0} \quad \text{für } \lambda > \lambda_{\text{Mg K}},$$

wobei μ/ρ in $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ und λ in Å-Einheiten einzusetzen sind.

Daraus folgt die Größe des Absorptionssprungs δ_K an der Mg K-Kante ($\lambda = 9,5 \text{ Å}$) mit $\delta_K = 13,5$. Auf Magnesium angewendet liefern innerhalb 1,5% den gleichen Wert zwei Formeln von RINDFLEISCH⁹, die dieser ursprünglich für den Absorptionssprung an der K-Kante schwererer Elemente ermittelt hat. Bestimmt man mit den oben für die Umgebung der Mg K-Kante ermittelten Zahlenwerten des BRAGG-PEIRCESCHEN Gesetzes den Massenabsorptionskoeffizienten für die Rubidium K_α -Strahlung ($\lambda = 0,925 \text{ Å}$), so erhält man dafür $\mu/\rho = 6,1 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$. In Anbetracht der Tatsache, daß dies eine Extrapolation über drei Größenordnungen des Massenabsorptionskoeffizienten darstellt, stimmt dieser Wert gut mit dem von WREDE¹⁰ hierfür angegebenen $\mu/\rho = 9,8624 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ überein.

Herrn Prof. Dr. GERTHSEN danken wir für die Anregung zu dieser Arbeit und für sein stetes förderndes Interesse während ihrer Durchführung.

⁹ H. RINDFLEISCH, Ann. Phys., Lpz. **28**, 409 [1937].

¹⁰ W. WREDE, Ann. Phys., Lpz. **36**, 681 [1939].

Der Einfluß des Tiegelmaterials und der Gasatmosphäre auf die Unterkühlung überhitzter Antimonschmelzen

Von W. MANNCHEN und G. HAHN *

Institut für Physikalische Chemie der Bergakademie Freiberg/Sa.

(Z. Naturforsch. **12 a**, 671—672 [1957]; eingegangen am 19. Juli 1957)

Im Anschluß an eine Arbeit von HORN und MASING¹ „Über die Keimbildung in Metallschmelzen“, die in keiner Weise zu einer eindeutigen Klärung der Verhältnisse führte, wurde in der vorliegenden Untersuchung der Einfluß der Überhitzung, des Tiegelmaterials und der Gasatmosphäre auf die Unterkühlung von Antimonschmelzen mit Hilfe einer automatisch arbeitenden Registrierapparatur untersucht. Die statistische Auswertung von etwa 18 000 Abkühlungskurven ergab folgende Feststellungen:

1. Über den Schmelzpunkt überhitztes Antimon zeigt beim Erstarren je nach Tiegelmateriale und Gasatmosphäre verschiedenes Verhalten die Unterkühlung betreffend. 2. Unter einer Atmosphäre aus Argon oder Stickstoff tritt in Tiegeln aus Quarz oder Supremaxglas beinahe unabhängig von der Überhitzungstemperatur keine oder nur eine unbedeutende Unterkühlung auf. 3. In Tiegeln aus Sinterkorund und gleicher Atmosphäre wird im Gegensatz zu 2. eine sehr starke, von der Überhitzungstemperatur unabhängige Unterküh-

lung von etwa 70° beobachtet. 4. Besteht bei Verwendung von Quarz- oder Supremaxglastiegeln die Atmosphäre aus Wasserstoff, so zeigt sich beim Überschreiten einer scheinbar bestimmten geringen unteren Überhitzungstemperatur eine mittlere Unterkühlung von etwa $15-20^\circ \text{C}$. 5. Wird bei Schmelzen in Sinterkorundtiegeln an Stelle einer Atmosphäre aus Argon oder Stickstoff eine aus Wasserstoff verwendet, so tritt an Stelle der sehr hohen Unterkühlung ebenfalls eine mittlere von $15-20^\circ \text{C}$ auf.

Zur Deutung dieser Ergebnisse werden folgende Annahmen diskutiert:

A. Unterschied zwischen dem Erstarrungsverhalten von Antimonschmelzen in Quarz- bzw. Supremaxglastiegeln einerseits und Sinterkorundtiegeln andererseits unter einer Atmosphäre von Argon oder Stickstoff

1. Der Unterschied zwischen dem verschiedenartigen Erstarrungsverhalten des Antimons in Quarz- bzw. Supremaxglastiegeln einerseits und Sinterkorundtiegeln andererseits unter einer Atmosphäre aus Argon oder Stickstoff rührt daher, daß aus dem Gefäßmaterial Quarz bzw. Supremaxglas wirksame Fremdkeime in die Schmelze gelangen, aus Sinterkorund nicht. 2. Da sowohl Quarz als auch Supremaxglas Si-haltige Materialien sind, wird angenommen, daß es sich um Fremdkeime aus Silicium handelt. 3. Die Si-Fremdkeime werden in Form von Si^{4+} -Ionen von der Schmelze aus der Gefäßwand übernommen und bleiben in dieser Form in ihr bestehen. 4. Von diesen Si^{4+} -Fremdkeimen werden in der Schmelze laufend Antimonatome deformiert

* Vorläufige Mitteilung aus der Dissertation von G. HAHN.

¹ Z. Elektrochem. **46**, 109 [1940].