

Aus den experimentellen Daten ergibt sich als tatsächliche Effektivität des Thermoelements

$$z = 2,14 \cdot 10^{-3} \text{ Grad}^{-1}.$$

Die bei tieferen Temperaturen erreichten Temperaturdifferenzen, die offenbar durch Wärmeeinstrahlung stark beeinflusst wurden, sowie der Einfluß des Drucks der umgebenden Atmosphäre sind aus Tab. 6 ersichtlich.

Herrn Prof. Dr. E. JUSTI danke ich für die Anregung zu diesen Untersuchungen. Ihm sowie Herrn Dir. Prof. Dr. H. WELKER bin ich für zahlreiche fördernde Diskussionen zu großem Dank verpflichtet.

Herrn Dir. Dr. A. SIEMENS danke ich für die Bereitstellung der Mittel sowie großzügige Unterstützung.

Herrn Dr. W. HÄNLEIN und Herrn Dr. W. OLDEKOP gilt mein Dank für wertvolle Ratschläge und Hinweise. Fräulein S. KLEMM danke ich für wesentliche Hilfe bei der experimentellen Arbeit.

Anwendung der Parallelstrahlmethode* im Durchstrahlungsfall zur Prüfung des Kristallinneren mit Röntgen-Strahlen

VON HEINZ BARTH und ROLF HOSEMAN

Mitteilung aus dem Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Berlin-Dahlem
(Z. Naturforschg. **13 a**, 792—794 [1958]; eingegangen am 20. August 1958)

Fällt ein monochromatischer RÖNTGEN-Strahl unter dem BRAGG-Winkel ϑ z. B. auf eine fast senkrecht zur Oberfläche eines idealen Kristalles liegende Netzebene, so durchdringt nach BORRMANN¹ und VON LAUE² ein RÖNTGEN-Wellenfeld parallel zur Netzebene mit anomaler Absorption den Kristall und wird an der Austrittsfläche in die Strahlen R_0 und R aufgespalten.

Die experimentelle Prüfung idealer Kristalle auf anomale Absorption erfolgte bisher hauptsächlich nach der sogenannten „Weitwinkelmethode“. Hierbei wird die von einem punktförmigen Fokus entsandte polychromatische Strahlung ausgenutzt. Im folgenden wird eine andere experimentelle Methode, die sogenannte „Parallelstrahlmethode“ beschrieben, mit der man das Kristallinnere über einer wesentlich größeren Kristalloberfläche als mit der Weitwinkelmethode und jeweils an einer Netzebene auf anomale Absorption prüfen kann. Abb. 1 veranschaulicht das Verfahren. Die Netzebenen N mögen senkrecht zur Oberfläche des Kristalles liegen. F ist ein in der Reflexionsebene liegender strichförmiger Fokus.

Wenn nur Strahlung einer Wellenlänge betrachtet wird, so kann auch das von dem Strichfokus F ausgehende monochromatische und parallele Strahlenbündel den idealen Kristall K in anomaler Absorp-

tion in einem großen Kristallbereich durchdringen. An der Austrittsfläche wird das parallele Wellenfeld in die parallelen Strahlenbündel R_0 und R aufgespalten. Da die Reflexion monochromatischer RÖNTGEN-Strahlung auf einem Kegelmantel verläuft, ist der Strahlengang senkrecht zur Zeichenebene divergent.

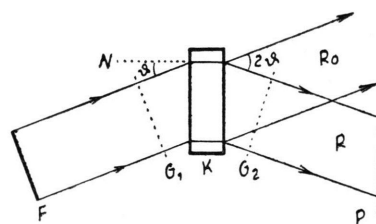


Abb. 1. Strahlengang der Parallelstrahlmethode für den LAUE-Fall. F Strichfokus in der Zeichenebene, N Netzebene, K idealer Kristall, P Fotoplatte, G_1 Gitterstellung bei Aufnahme Abb. 2, G_2 Gitterstellung bei Aufnahme Abb. 3.

In dieser Aufstellung wurden Aufnahmen an der Netzebene $\bar{1}101$ eines 0,5 mm starken idealen Quarzkristalles mit polierter Oberfläche gemacht (Abb. 2 und 3). Es wurde das gleiche Quarzexemplar (mit der Netzebene 2354 in der Oberfläche) untersucht, mit dem BARTH³ die hohe Monochromatisierung der

* Bei Fertigstellung des Manuskripts sind wir darauf aufmerksam gemacht worden, daß diese Methode bereits von W. BERG (Naturwiss. **19**, 391 [1931]) zur Prüfung von Steinsalz-Kristalloberflächen (also im Reflexionsfall) benutzt worden ist, aber diese Arbeit offensichtlich in Vergessenheit geraten ist. Bei der damaligen Arbeit sind Drahtgitterblenden zum Beweis der nahezu stigmatischen

Abbildung und vor allem zum Nachweis von Kristallitverschwenkungen allerdings nicht verwendet worden.

¹ G. BORRMANN, Phys. Z. **42**, 157 [1941] und Z. Phys. **127**, 297 [1950].

² M. VON LAUE, Acta Cryst. **2**, 106 [1949] und **5**, 619 [1952].

³ H. BARTH, Z. Naturforschg. **13 a**, 680 [1958].



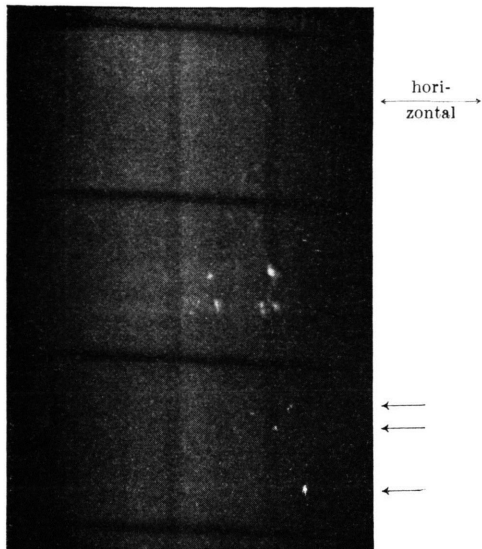


Abb. 2. Parallelstrahlaufnahme an einem idealen Quarzkristall mit einer Drahtgitterblende im primären Strahl (Stellung G_1), 10,5-fach vergrößert, polierte Oberflächen 2354, Richtung anomaler Absorption 1101, Cu K-Strahlung, 25 kV, 10 mA, 4 h. Der Strichfokus liegt parallel zur horizontalen Linie. Die drei Pfeile zeigen auf Emulsionsfehler. Alles andere sind Oberflächenstörungen.

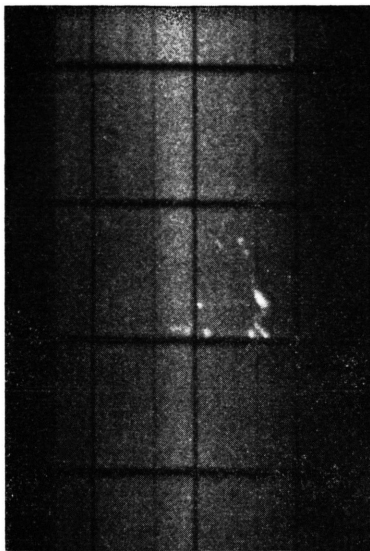


Abb. 3. Parallelstrahlaufnahme an einem idealen Quarzkristall wie in Abb. 2 jedoch mit einer Drahtgitterblende im austretenden Strahl R (Stellung G_2). Vergrößerung 10,5.

Cu K α_1 Linie erreichen konnte. In Abb. 2 ist ein feines Maschendrahtgitter (Drahtdicke 50μ , Draht-

abstand 1,5 mm) in Stellung G_1 , also in den primären Strahl gestellt worden.

Die horizontalen Schattenlinien sind durch die Fokusbreite etwas verschmiert. Die vertikalen Schattenlinien sind dagegen infolge der geringen Dicke des Kristalles durch den Strahlenfächer (nach BORRMANN, HILDEBRAND und WAGNER⁴) verbreitert. In Abb. 3 ist in gleicher Kristallaufstellung dasselbe Maschendrahtgitter dicht hinter den Kristall (Stellung G_2) in die austretenden Strahlenbündel R gebracht worden. Die Aufnahme zeigt jetzt im Gegensatz zu Abb. 2 scharfe vertikale Schattenlinien, weil im austretenden Strahl R kein Strahlenfächer mehr existiert. Da von dem Strichfokus F die gesamte spektrale Verteilung emittiert wird, und der Primärstrahl nur in Breite des Strichfokus und in Höhe der zu untersuchenden Kristalle ausgeblendet wird, durchdringt $K \alpha_{12}$, $K \beta$ und die Bremsstrahlung in Richtung anomaler Absorption den Kristall und tritt ihrer Wellenlänge entsprechend unter verschiedenen Winkeln aus dem Kristall heraus. In Abb. 3 ist daher nicht nur ein Schatten durch das $K \alpha_{12}$ -Strahlenbündel, sondern auch ganz schwach durch das $K \beta$ -Parallelstrahlbündel zu erkennen.

Die Maximalintensität von $K \alpha_{12}$ ist jedoch soviel größer als die von $K \beta$ und der Bremsstrahlung, daß die Ausblendung durch das $K \alpha_{12}$ Parallelstrahlbündel überwiegt. Infolge der spektralen Breite der $K \alpha_{12}$ -Linien sind die vertikalen Drahtschatten aber nicht ganz scharf. Diese Methode liefert deshalb nur für verhältnismäßig kleine BRAGG-Winkel, also niedrigindizierte Netzebenen scharfe Konturen. Bei größeren Winkeln werden die Schatten verschmiert und die Auflösung wird entsprechend herabgesetzt. Bei kleinen Winkeln eignet sich diese Methode jedoch vorzüglich zur nahezu stigmatischen Abbildung von Gitterfehlern.

Eine Störung des Kristallgitters auch im Inneren von nahezu idealen Kristallen kann bekanntlich durch eine Versetzung hervorgerufen werden. Eine Versetzung erzeugt eine Gitterverzerrung bis zu 50 000 Atomabständen im Umkreis der Versetzungslinie. BONSE und KAPPLER⁵ konnten Verzerrungsfelder dieser Art in der Kristalloberfläche von Ge mit der Doppelkristallmethode nachweisen. BORRMANN, HARTWIG und IRMLER⁶ sowie LANG⁷ haben ähnliche Verzerrungsfelder um Versetzungslinien

⁴ G. BORRMANN, G. HILDEBRAND u. H. WAGNER, Z. Phys. **142**, 406 [1955].

⁵ U. BONSE u. E. KAPPLER, Z. Naturforschg. **13 a**, 348 [1958].

⁶ G. BORRMANN, W. HARTWIG u. H. IRMLER, Z. Naturforschg. **13 a**, 423 [1958].

⁷ A. R. LANG, J. Appl. Phys. **29**, 597 [1958].



Abb. 4. Parallelstrahlaufnahme nach Abb. 1 an einem Si Kristall mit 2500 Ätzgruben pro cm^2 , 10,5-fach vergrößert, 1 mm stark, blankgeätzte 111-Oberfläche, Richtung anomaler Absorption 220, Cu K-Strahlung, 25 kV, 10 mA, 8 h**.

bei Durchstrahlung im Kristallinneren von Si nachgewiesen.

Man sieht hieraus, daß auch die Parallelstrahlmethode im Durchstrahlungsfall außerordentlich empfindlich auf atomare Störungen des Kristallgitters reagieren muß. Die mit der Parallelstrahlmethode Ende des Jahres 1957 durchgeführten — noch nicht veröffentlichten — Untersuchungen des Kristallinneren einer Anzahl von Si und Ge Kristallen haben tatsächlich Schatten im R-Strahlenbündel

ergeben, die jetzt als Verzerrungsfelder von Versetzungen gedeutet werden können. In Abb. 4 ist ein Si-Kristall mit der Parallelstrahlmethode geprüft worden, von dem bereits BORRMANN, HARTWIG und IRMLER ein Weitwinkeldiagramm veröffentlicht haben. Das Wellenfeld verläuft in anomaler Absorption parallel zu einer Netzebene 220. Hierbei wird das Kristallinnere über einer Oberfläche von etwa 1 cm^2 durchstrahlt. Die Abbildung zeigt nur einen Ausschnitt der Aufnahme. Aus den Schatten können Richtung und Lage der Versetzungslinien im Kristallinneren sowie die Größe ihrer Verzerrungsfelder gedeutet werden. Die Schatten auf der Parallelstrahlaufnahme sind in guter Übereinstimmung mit denen des Weitwinkeldiagramms. Bei weiteren — noch nicht veröffentlichten — Untersuchungen an verschieden gezüchteten und verschieden nachbehandelten Si und Ge Kristallen sowie auch an einigen Quarz- und Kalkspatkristallen hat sich die Parallelstrahlmethode gerade für Probleme der Kristallzüchtung von Einkristallhalbleitern als brauchbar erwiesen.

Dem Berliner Senat möchten wir für die finanzielle Unterstützung des Vorhabens danken. Herrn Prof. Dr. M. von LAUE, Herrn Prof. Dr. G. BORRMANN und Herrn Dr. W. HARTWIG danken wir für anregende Diskussionen und freundliche Unterstützung.

** Die Aufnahmen wurden mit einer von H. BARTH entwickelten Gefügekammer gemacht. Dem Werkstattleiter Herrn SCHULZ und Herrn SCHRÖDER möchte ich bei dieser Gelegenheit für die präzise Herstellung der Gefügekammer herzlich danken.

NOTIZEN

Einige Versuche zur Diffusion von Xe-133 aus Uranoxyden

Von R. LINDNER und H. J. MATZKE

Kernchemisches Institut * der Technischen Hochschule, Göteborg, Schweden

(Z. Naturforsch. 13 a, 794—796 [1958]; eingegangen am 29. Juni 1958)

Das Entweichen von gasförmigen Spaltprodukten aus bestrahltem Uran und dessen Verbindungen ist eine Frage von kerntechnischer Bedeutung. (Vermeidung des Entweichens aus Brennstoffelementen aus Sicherheitsgründen oder aber laufende Entfernung der als Neutronengifte wirksamen Edelgase aus dem Brennstoff.) Laboratoriumsversuche an Uranmetall und Uranoxyd

(UO_2) wurden am hiesigen Institut vor längerer Zeit von ZIMEN¹ und Mitarbeitern begonnen. Für die im folgenden beschriebenen Versuche, wie auch für einige von Dr. G. STRÖHL ausgeführte orientierende Versuche an Sintermaterial, wurde eine seinerzeit von FELIX² aufgestellte Apparatur benutzt. Das Ziel der vorliegenden Untersuchung war, zunächst die prinzipielle Möglichkeit der Messung der Diffusion von Xe-133 aus kristallinen Uranoxyden festzustellen und Anhaltspunkte für die Absolutwerte der Diffusionskonstanten und die Aktivierungsenergie der Diffusion in verschiedenen Uranoxyden zu erhalten.

* Betrieben vom Schwedischen Atomkomitee.

¹ K. E. ZIMEN u. L. DAHL, Z. Naturforsch. 12 a, 167 [1957].

² F. FELIX, Nukleonik 1 [1958], im Druck.