

Temperatur abnehmende Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen den Protonen etwa von derselben Größe wie ein zusätzlicher Wechselwirkungsmechanismus mit umgekehrter Temperaturabhängigkeit, der mit weiter steigender Temperatur die Relaxationszeit verkleinert. Die vermutete Spin-Rotations-Wechselwirkung ergäbe die benötigte Temperaturabhängigkeit; damit allein kann aber z. Zt. noch nicht eindeutig entschieden werden, ob sie tatsächlich vorliegt. Der Einfluß des gelösten Quarzes auf die Relaxationszeit konnte durch Wiederholung der Messung mit derselben Probe ausgeschlossen werden. Oberflächenrelaxation an Quarz scheint die Ergebnisse ebenfalls nicht wesentlich zu verfälschen, da eine mit

sorgfältig gereinigten Quarzfäden dotierte Wasserprobe, welche etwa die 100-fache Oberfläche einer Normalprobe hatte, eher noch längere Relaxationszeiten lieferte (Abb. 1). Messungen von NORBERG und Mitarbeitern⁵ an flüssigem Helium weisen in dieselbe Richtung.

Herrn Prof. Dr. H. O. KNESER sei für seine fachliche und menschliche Unterstützung aufrichtig gedankt. Die Deutsche Forschungsgemeinschaft förderte diese Arbeit durch Sachbeihilfen.

⁵ J. GAINES, K. LUSZCZYNSKI u. R. E. NORBERG, Phys. Rev. **131**, 901 [1963].

Auswertung von Röntgen-Pulveraufnahmen mit elektronischen Datenverarbeitungsanlagen

VON H. KIRCHMAYR und M. LEEB

Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule Wien (Vorstand: Prof. Dr. F. LIHL)

(Z. Naturforsch. **18 a**, 1144–1145 [1963]; eingeg. am 12. September 1963)

RÖNTGEN-Feinstrukturaufnahmen von Kristallpulvern (DEBYE-SCHERRER-, GUINIER-, Goniometer-Aufnahmen) können oft nur schwer, beziehungsweise mit großem Rechenaufwand ausgewertet und indiziert werden. Es lag daher nahe, dazu elektronische Datenverarbeitungsanlagen heranzuziehen.

So allgemein anwendbar wie nur möglich ist ein in seiner Grundidee von LIPSON¹ angegebenes Indizierungsverfahren. Es bezieht sich auf orthorhombische Kristallsysteme, so daß alle orthogonal darstellbaren Kristallsysteme, das sind das kubische, tetragonale, hexagonale, rhomboedrische und orthorhombische System, erfaßt werden können.

Die Beugungswinkel ϑ der Linien (hkl) orthorhombischer Systeme gehören einer Beziehung der Form

$$\sin^2 \vartheta = A h^2 + B k^2 + C l^2.$$

Wird aus den $\sin^2 \vartheta$ -Werten zweier Linien mit beliebigen, aber bei beiden Linien gleichen k - und l -Werten, jedoch dem Index $h=0$ bzw. 1, die Differenz gebildet, so entspricht diese dem Wert A . Dieser ist durch die Beziehung

$$A = \lambda^2 / 4 a^2$$

mit der Gitterkonstante a eindeutig verknüpft. Der gleiche Wert A kommt mit großer Wahrscheinlichkeit unter allen möglichen Differenzen aller $\sin^2 \vartheta$ -Werte öfter vor, und daraus kann auf die Gitterkonstante geschlossen werden. In analoger Weise können die Werte B und C und die Gitterkonstanten b und c aufgefunden werden.

Das Verfahren wurde modifiziert, wesentlich erweitert und für eine elektronische Datenverarbeitungsanlage vom Typ IBM 1620 programmiert. Diese Anlage steht in öffentlichen Rechenzentren auch dann zur Ver-

fügung, wenn man über keine eigene Anlage dieses Typs verfügt.

Mit dem genannten Programm können aus Pulveraufnahmen in relativ kurzer Zeit die Gitterkonstanten bestimmt und die Beugungslinien indiziert werden. Eingebene Daten von DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen werden wahlweise bezüglich Filmschrumpfung und Stäbchenabsorption nach HADDING² korrigiert. Bei bereits bekannten Gitterkonstanten kann das Programm auch lediglich zur Indizierung verwendet werden.

Prinzipiell können mit dem gleichen Programm auch Aufnahmen von Pulvergemischen ausgewertet und die einzelnen Komponenten zugehörigen Gitterkonstanten und Indizierungen bestimmt werden. Unter welchen Voraussetzungen dies tatsächlich möglich ist, muß noch untersucht werden. Sie dürften im wesentlichen jenen entsprechen, die GLOCKER³ für den allgemeinen Fall angibt.

Das Verfahren ist gegen Fremddaten relativ unempfindlich. Die bei der Ausmessung der Linien erforderliche Genauigkeit von $\pm 0,05^\circ$ kann unschwer erreicht werden. Die bisher gerechneten Testbeispiele aus allen oben angeführten Kristallsystemen erforderten für die Dateneingabe, die Korrektur der systematischen Fehler, die Gitterkonstantenbestimmung, die Indizierung und die Ausgabe der Ergebnisse (das sind eingebene Werte, korrigierte Winkel $\vartheta_{\text{korrig.}}$, $\sin^2 \vartheta_{\text{korrig.}}$, Indizierung (hkl) und $\sin^2 \vartheta_{\text{errechnet}}$) eine Rechenzeit von weniger als 5 Minuten. Die Genauigkeit der errechneten Gitterkonstanten (ohne Extrapolation auf $\vartheta = 90^\circ$) lag bei $\pm 8\%$.

Unter Umständen werden Gitterkonstantentripel zusätzlich ausgegeben, die sich durch Drehung, Translation etc. des Systems ergeben, sofern sich eine hinreichende, frei wählbare Anzahl der eingegebenen Linien indizieren läßt. Eine eindeutige Zuordnung der Gitterkonstanten ergibt sich unter Heranziehung der Linienintensitäten, die im vorliegenden Programm nicht berücksichtigt werden. Sind mehrere Gitterkonstantentripel möglich, so werden diese samt Indizierung nach einer weiteren Rechenzeit von je etwa 20–40 Sekunden ausgegeben.

¹ H. LIPSON, Acta Cryst. **2**, 43 [1949].

² A. HADDING, Zbl. Min. Geol. Paläontol. **20**, 631 [1921].

³ R. GLOCKER, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, Verlag Springer, 4. Aufl., Berlin 1958.



Voraussetzungsgemäß ist ein Erfolg des Verfahrens an das Vorhandensein von Linien mit bestimmter Indizierung gebunden. A ist dann bestimmbar, wenn zumindest beliebigen zwei der unten angegebenen Gruppen je zwei Linien zuzuordnen sind.

0kl, 1kl; 0kl, 2kl; 0kl, 3kl; 0kl, 4kl; 1kl, 2kl; 1kl, 3kl; 2kl, 3kl; 2kl, 4kl; 3kl, 4kl; 3kl, 5kl; 4kl, 5kl.

Analoge Bedingungen gelten für die Bestimmung von B und C . Sie vereinfachen sich bei Kristallsystemen

hoher Symmetrie. Im allgemeinen sind, sofern etwa 20 Linien vorhanden sind, diese Bedingungen auch im orthorhombischen Fall erfüllt. Die notwendige Linienanzahl ist durch Wahl einer geeigneten RÖNTGEN-Strahlung erzielbar.

Der IBM Österreich sind wir für die Unterstützung dieser Arbeit zu großem Dank verpflichtet.

Ein fokussierendes Debye-Scherrer-Verfahren

Von H. EBEL

Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule Wien

(Z. Naturforsch. 18 a, 1145 [1963]; eingegangen am 19. September 1963)

Linienbreitenuntersuchungen werden in erster Linie mit RÖNTGEN-Goniometern ausgeführt, da der Intensitätsverlauf der RÖNTGEN-Interferenzen direkt gefunden wird und bei der üblichen BRAGG-BRENTANO-Fokussierung über den erfaßbaren Glanzwinkelbereich gute Fokussierungsverhältnisse vorliegen. Einen Nachteil stellen allerdings die für eine genaue Erfassung der Interferenzverläufe erforderlichen langen Meßzeiten und die damit an die Anlage zu stellenden Stabilitätsforderungen dar.

Die photographischen Aufnahmeverfahren haben den Vorteil, daß der erfaßbare Glanzwinkelbereich gleichzeitig und mit derselben Belichtungszeit aufgenommen wird. Aus diesem Grunde kann mit feinkörnigem Filmmaterial ein verhältnismäßig kleiner statistischer Fehler erwartet werden. Die Auswertung der Aufnahmen mit einem registrierenden Mikrophotometer führt unter Berücksichtigung des Zusammenhanges zwischen Photometermeßgröße und RÖNTGEN-Intensität wieder zum gesuchten Intensitätsverlauf.

Fokussierende Filmverfahren gestatten eine einfachere Bestimmung der geometrischen Verbreiterungsfaktoren. Die Verwendung eines Monochromators befreit von der Notwendigkeit einer Dublettauftrennung der Interferenzen. Außerdem ist es für Linienbreitenuntersuchungen vorteilhaft, wenn die Aufnahme den gesamten Glanzwinkelbereich enthält. Diese Forderungen können auf folgende Weise erfüllt werden:

Ein Film wird, wie in Abb. 1 dargestellt, s-förmig in eine entsprechende Kamera eingelegt. An den Stellen 1, 2 und 3 besitzt der Film Löcher für den Strahlendurchtritt. An der Stelle 2 wird die dünne ebene Probe normal zur Richtung 13 eingebracht. Die Aufnahme geht nun so vor sich, daß zunächst der Film im Kammer teil II abgedeckt wird, der Fokus des Monochromators mit 1 zusammenfällt und die RÖNTGEN-Strahlen symmetrisch zur Achse 13 verlaufen (symmetrische Rück-

strahlaufnahme). Anschließend wird die gesamte Kamera um einen Betrag $4r$ parallel zum Strahlengang in Richtung zum Monochromator verschoben, so daß der Fokus in 3 zu liegen kommt und nach Abdecken des Filmes im Kammer teil I eine symmetrische Durch-

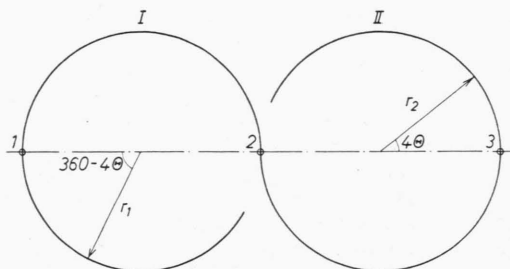


Abb. 1. Schematische Darstellung der Filmanordnung. An den Stellen 1 und 3 treten die RÖNTGEN-Strahlen ein bzw. aus und an der Stelle 2 befindet sich die Probe.

strahlaufnahme hergestellt. Der auf diese Weise in zwei Etappen belichtete Filmstreifen enthält mit Ausnahme des Glanzwinkelbereiches um $\Theta = 45^\circ$ sämtliche Interferenzen unter Anwendung der SEEMANN-BOHLIN-Fokussierung^{1,2}. Durch entsprechende Wahl der Radien r_1 und r_2 können die Glanzwinkel auf der Aufnahme ohne Umrechnung direkt abgelesen werden. Dies gilt besonders für den Fall

$$r_1 = r_2 = n \cdot 180 / 4\pi \quad (n = 1, 2, \dots),$$

wo Ähnlichkeit mit einer asymmetrischen Aufnahme nach STRAUMANIS³ vorliegt.

Zur praktischen Ausführung sei bemerkt, daß sich die Probe während der Aufnahme um die Achse 13 dreht und die Proben temperatur mittels Thermostat konstant gehalten wird. Zur Herabsetzung der Luftstreuung kann die Kammer evakuiert werden, woraus ein ausgezeichnetes Intensitätsverhältnis der Linie zum Untergrund resultiert. Eine derartige Aufnahme gestattet unter Berücksichtigung der Geometrie des Strahlenganges sowohl Gitterkonstanten- als auch Linienbreitenbestimmungen. Über Versuche mit dieser Kammer wird demnächst berichtet werden.

¹ H. SEEMANN, Ann. Phys., Lpz. 59, 455 [1919].

² H. BOHLIN, Ann. Phys., Lpz. 61, 421 [1920].

³ M. STRAUMANIS u. A. JEVINS, Die Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten nach der asymmetrischen Methode. Verlag Springer, Berlin 1940.