

eines ideal glatten zylindrischen Drahtes (Grob-Fein-Faktor). Messungen der Temperaturabhängigkeit des FE-Stromes führten unter Verwendung der an Spitzen erhaltenen Daten ^{4,12} auf die in den Abbildungen angegebenen Daten für die Feldstärke an den Emissionsorten und auf den (plausiblen) mittleren Wert von 11 für den Grob-Fein-Faktor. Die Elektronen-Mikroskop-Aufnahmen der Drähte aus W und Pt zeigten Rauigkeiten der Oberfläche mit Gipfelhöhen bis zu 500 Å.

Die durch Feldemission umgesetzte Wärme war teilweise mit einem Fehler hinab bis zu $\pm 10\%$ bestimmbar. Werden die gemessenen w -Werte jedoch den ebenfalls mit Fehlern behafteten Werten für die Feldstärke

und die Temperatur zugeordnet, so ergeben sich größere Fehler für w , schätzungsweise $\pm 15\%$ (Pt $\pm 20\%$) nach der Widerstands-Messung (Abb. 2) und nach der Kompensations-Messung bei positivem $w \pm 20\%$ und negativem $w \pm 30\%$ (Abb. 3). Die Diskrepanz zwischen den experimentellen und theoretischen Daten (Abb. 2 bis 4) kann teilweise auf diese Fehler zurückgeführt werden. Doch reicht dies anscheinend nicht aus, um die Abweichung zwischen den gemessenen und berechneten Grenztemperaturen (Abb. 4) zu erklären.

Die Untersuchung wird fortgesetzt.

Herrn Prof. Dr. BORRMANN danken wir für wertvolle Hinweise bei Diskussionen. — Dem Senat von Berlin und der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Förderung der Arbeit durch ERP-Mittel.

¹² M. DRECHSLER, Z. Phys. **167**, 558 u. **169**, 352 [1962].

Ein Zählrohrverfahren zur Messung der Netzebenenorientierungs- und Gitterkonstantenverteilung von schwach deformierten Einkristallen

Von U. BONSE* und E. KAPPLER

Physikalisches Institut der Universität Münster (Westf.)
(Z. Naturforsch. **18 a**, 1369—1371 [1963]; eingeg. am 4. Oktober 1963)

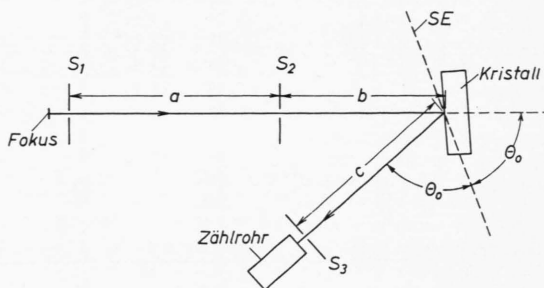
Zur Beschreibung von Gitterdeformationen eignet sich in gewissen Fällen ein einfaches Modell, bei dem man sich die Deformationen aus örtlichen Schwankungen der Netzebenenorientierungen und des Netzebenenabstandes zusammengesetzt denkt (Mosaikstruktur). Einen Überblick über diese Schwankungen erhält man durch Angabe je einer Verteilungsfunktion für die Netzebenenorientierungen und für die Gitterkonstanten d . Nach der Methode von KAPPLER und MOCK ¹ können derartige Verteilungen an ein und derselben Stelle einer Einkristallprobe röntgenographisch gemessen werden. Zum Beispiel bewährt sich dieses Modell bei Gitterstörungen, die nach plastischer Verformung und anschließender teilweiser Erholung sich ausbilden. Man beobachtet in solchen Fällen häufig eine Anordnung von Versetzungen, die zur Ausbildung von Subkörnern führt. Diese unterscheiden sich mehr oder weniger in ihrer Orientierung und können außerdem gewisse Dehnungen bzw. Stauchungen aufweisen, die innerhalb eines Subkornes weitgehend homogen sind.

Bezüglich der Verteilung der Gitterkonstanten ist jedoch einschränkend zu bemerken, daß nicht direkt die Verteilung von d , sondern nur die des Quotienten λ/d (λ : Wellenlänge) direkt zugänglich ist. Bei stark deformierten Kristallen ist die Schwankung Δd groß, verglichen zur natürlichen Linienbreite $\Delta \lambda$ der verwendeten monochromatischen Strahlung, so daß praktisch unmittelbar die d -Verteilung gemessen wird. Umgekehrt ist bei sehr guten Kristallen Δd klein verglichen zu $\Delta \lambda$.

In diesem Fall wird daher die Form der Spektrallinie erhalten. Dies stellt ebenfalls eine nützliche Anwendung des Verfahrens dar.

Die Methode von KAPPLER und MOCK arbeitet mit photographischer Aufzeichnung der RÖNTGEN-Intensität. Man erhält eine einfache und in gewisser Hinsicht vorteilhafte Abwandlung des Verfahrens, wenn man zur Zählrohrregistrierung übergeht. Dies soll im folgenden kurz beschrieben werden.

Abb. 1 zeigt die Anordnung eines üblichen Einkristallspektrometers. Die Spalte S_1 , S_2 und S_3 sollen so eng sein, daß praktisch nur für einen einzigen Abbeugungswinkel $2\theta_0$ Intensität in das Zählrohr gelangen kann. Zugleich ist hiermit eine Spiegelungsebene SE festgelegt: Netzebenen, an denen Strahlung reflektiert werden soll, die in das Zählrohr fallen kann, müssen parallel zu SE sein. Hierbei ist symmetrische Reflexion an den Netzebenen angenommen.



1. Aufzeichnung der Orientierungsverteilung

θ_0 wird so gewählt, daß $\lambda/d = 2 \sin \theta_0$ mit einem Wert $(\lambda/d)_0$ aus der vorliegenden λ/d -Mannigfaltigkeit erfüllbar ist. Dreht man nun den Kristall um die Goniometerachse (Achse senkrecht zur Zeichenebene und durch die Vorderfläche des Kristalls verlaufend), so erreichen die Netzebenen verschiedener Orientierung zeit-

¹ E. KAPPLER u. R. MOCK, Naturwissensch. **41**, 330 [1954].

* Gegenwärtige Adresse: Department of Engineering Physics and Materials Science, Bard Hall, Cornell University, Ithaca, N.Y., USA.



lich *nacheinander* Parallelstellung zur Ebene SE und werfen die an ihnen reflektierte Intensität ins Zählrohr. Auf diese Weise registriert man die Orientierungsverteilung von Netzebenen mit einem bestimmten Wert $(\lambda/d)_0$. Diese Prozedur ist durchführbar mit verschiedenen Werten Θ_0 , d. h. getrennt für Netzebenen mit unterschiedlichem λ/d -Wert. Durch anschließende Mittelbildung über die erhaltenen Verteilungen kann auch die *mittlere* Orientierungsverteilung für alle λ/d -Werte der vorliegenden λ/d -Mannigfaltigkeit berechnet werden. Diese erhält man bei der photographischen Registrierung nach KAPPLER und MOCK unmittelbar.

2. Aufzeichnung der λ/d -Verteilung

Kristall und Zählrohrspalt werden gemeinsam um die Goniometerachse gedreht, ersterer jedoch mit halb so großer Winkelgeschwindigkeit wie letzterer. Hierbei bleibt die Ebene SE *kristallfest*: sämtliche in das Zählrohr reflektierte Intensität stammt von Netzebenen einer bestimmten Orientierung. Da sich jedoch Θ_0 ändert, tragen zeitlich nacheinander alle Ebenen dieser Orientierung mit verschiedenen λ/d -Werten bei. Es wird also die λ/d -Verteilung der Netzebenen mit einer bestimmten Orientierung registriert. λ/d -Verteilungen anders orientierter Netzebenen werden erhalten, wenn der Kristall relativ zu SE verstellt wird. Eine nachträgliche Mittelung über die verschiedenen Kurven ergibt die mit dem eingangs erwähnten photographischen Verfahren direkt gemessene *mittlere* λ/d -Verteilung

aller Orientierungen der vorhandenen Orientierungsmannigfaltigkeit der Netzebenen.

Das Zählrohrverfahren hat gegenüber dem photographischen insbesondere folgende Vorteile:

a) Die Aufzeichnung der Verteilungen jeweils für einen einzigen λ/d -Wert bzw. eine bestimmte Netzebenenorientierung bedeutet eine zusätzliche und u. U. nützliche Information. Zum Beispiel kann bei einem Kristall, der aus geringfügig gegeneinander verschwenkten Blöckchen besteht, die λ/d -Verteilung für Blöckchen unterschiedlicher Orientierung gesondert gemessen werden.

b) Beim Zählrohrverfahren können wegen der größeren Empfindlichkeit im allgemeinen engere Spalte verwendet werden. Hierdurch wird die Größe der an den gemessenen Verteilungen anzubringenden geometrischen Korrektur, welche das *gleichzeitige* Auftreten verschiedener Θ_0 -Werte berücksichtigt, wesentlich verkleinert. Da alle Korrekturverfahren mehr oder weniger problematisch sind², wird somit eine höhere Meßgenauigkeit erzielt.

3. Bestimmung der natürlichen Linienform von Röntgen-Linien

Die Verringerung der geometrischen Korrektur ist besonders bei der Ausmessung der spektralen Verteilung von RÖNTGEN-Linien wichtig. Hierzu seien abschließend einige Messungen mitgeteilt.

Bei Verwendung der heute zur Verfügung stehenden

Linie	Autor	Methode	unkorr. $\Delta\lambda/\lambda \cdot 10^4$	korr. $\Delta\lambda/\lambda \cdot 10^4$	Korrektur
Cu-K _{a1}	EHRENBERG u. v. SUSICH ³	DK (1,1) I	4,70	4,55	3,2%
	PURKS ⁴	DK (1,1) I	4,10	—	—
	VALASEK ⁵	EK F	3,39	2,47	28,5%
	SPENCER ⁶	DK (2,2) I	3,90	—	—
	SPENCER ⁶	DK (1,1) I	3,97	—	—
	SPENCER ⁶	DK (1,1) I	4,49	—	—
	ALLISON ⁷	DK (1,1) I	3,77	—	—
	PARRAT ⁸	DK (1,1) I	3,64	2,95	21%
	PARRAT ⁸	DK (2,2) I	2,96	2,95	< 1%
	BEARDEN u. SHAW ⁹	DK (1,1) I	3,68	—	—
	OBERT u. BEARDEN ¹⁰	DK I u. Z	3,59	2,93	20%
	BEARDEN u. ROGOSA ¹¹	DK (1,1) ?	3,65	—	—
	BEARDEN u. ROGOSA ¹¹	EK F u. Z	4,05	—	—
	KAPPLER u. MOCK ¹	EK CaCO ₃ F	3,44	2,96	14,9%
	KAPPLER u. MOCK ¹	EK LiF F	3,26	3,01	7,5%
Cu-K _{a2}	BARTH ¹²	EK SiO ₂ Z	3,58	—	—
	Verfasser	EK LiF Z	3,01	2,90	3,8%
	PURKS ⁴	DK (1,1) I	4,09	—	—
	SPENCER ⁶	DK (2,2) I	4,86	—	—
	ALLISON ⁷	DK (1,1) I	4,99	—	—
	PARRAT ⁸	DK (1,1) I	?	4,04	?
	OBERT u. BEARDEN ¹⁰	DK (1,1) I u. Z	?	4,09	?
Cu-K _{β1}	BARTH ¹²	EK SiO ₂ Z	5,19	—	—
	Verfasser	EK LiF Z	4,14	3,99	3,6%
	OBERT u. BEARDEN ¹⁰	DK (1,1) Z	?	6,75	?
"	Verfasser	EK CaCO ₃ Z	6,94	6,62	4,6%

Tab. 1. Meßwerte der Breiten der Cu-K_a-Linien. DK=Doppelkristallspektrometer, benutzte Ordnung ist angegeben. Bei den älteren Messungen sind durchweg CaCO₃-Kristalle benutzt worden. EK=Einkristallspektrometer. I = Ionisationskammer, F = photographische Registrierung, Z=Zählrohr. Zur Beurteilung der Zuverlässigkeit sind die Korrekturen mit angegeben. Mit einer Ausnahme bei PARRAT ergaben die älteren unkorrigierten Messungen wesentlich zu große Linienbreiten. Merkwürdig groß sind auch die Werte von BARTH.

² A. KOCHENDÖRFER, Z. Krist. **105**, 393, 438 [1944].

fast fehlerfreien Halbleiterkristalle ist die d -Verteilung so scharf, daß eine Verfälschung der gemessenen λ -Verteilung nur noch durch die Geometrie bedingt ist. Dies gilt auch schon bei ausgesuchten LiF-Kristallen mit Versetzungsdichten \leq ca. 10^4 Versetzungen/cm². Der Einfluß der Geometrie läßt sich durch Wahl eines großen Glanzwinkels θ_0 zusätzlich herabsetzen. So gelingt es z. B., bei Verwendung des LiF-(333)- bzw. LiF-(511)-Reflexes die natürliche Breite der Cu-K α_1 -Linie mit einer geometrischen Korrektur von nur 3,8% zu messen. ($\theta = 83,83^\circ$; $S_1 = 33 \mu\text{m} \times 2 \text{ mm}$, $S_3 = 100 \mu\text{m} \times 2 \text{ mm}$; $a = 28 \text{ cm}$; $b = 22 \text{ cm}$, $c = 25 \text{ cm}$; Abb. 1.)

Die natürlichen Breiten der Linien Cu-K α_1 , -K α_2 und -K β_1 , wie sie mit dem Zählrohrverfahren gemessen wurden, sind in Tab. 1 aufgeführt. Außer diesen Daten sind auch die Ergebnisse früherer Arbeiten sowie die Größe der Korrektur, falls korrigiert wurde, angegeben worden. Die neuerdings gemessenen Werte dürfen sowohl wegen der Güte der benutzten Kristalle als auch wegen der Kleinheit der Korrekturen als sehr zuverlässig angesehen werden.

Auf die physikalische Bedeutung der Orientierungs- und Gitterkonstantenverteilungsfunktion kann an dieser

Stelle nicht näher eingegangen werden. Es sei jedoch nochmals betont, daß es sich um ein einfaches Modell handelt, das, wenn auch nicht immer, so doch in vielen Fällen die wirklichen Verhältnisse befriedigend beschreibt.

Die Darlegungen fußen ausschließlich auf der geometrischen Theorie der RÖNTGEN-Interferenzen (BRAGGSche Gleichung). Auf Grund der dynamischen Theorie der RÖNTGEN-Strahlbeugung ergibt sich auch bei einem idealen Gitter und streng monochromatischer Strahlung eine endliche Breite der λ/d -Verteilungskurven. Diese Vernachlässigung ist bei dem beschriebenen Verfahren insofern unbedenklich zulässig, als die Auflösung ohnehin durch die spektrale Breite $\Delta\lambda$ der benutzten Strahlung begrenzt ist. Über die Herabsetzung der Grenze der Auflösung durch eine dem Doppelkristallverfahren entlehnte Dreikristallmethode wird in Kürze berichtet werden.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei für die Unterstützung bei der Durchführung dieser Untersuchungen bestens gedankt.

³ W. EHRENBURG u. G. v. SUSICH, Z. Phys. **42**, 823 [1927].

⁴ H. PURKS, Phys. Rev. **31**, 931 [1928].

⁵ J. VALASEK, Phys. Rev. **36**, 36 [1930].

⁶ R. C. SPENCER, Phys. Rev. **38**, 631 [1931].

⁷ S. K. ALLISON, Phys. Rev. **44**, 63 [1933].

⁸ L. G. PARRAT, Rev. Sci. Instrum. **6**, 387 [1935].

⁹ J. A. BEARDEN u. C. H. SHAW, Phys. Rev. **48**, 18 [1935].

¹⁰ L. OBERT u. J. A. BEARDEN, Phys. Rev. **54**, 1000 [1938].

¹¹ J. A. BEARDEN u. G. L. ROGOSA, Phys. Rev. **75**, 1304 [1949].

¹² H. BARTH, Z. Naturforsch. **13 a**, 680 [1958].

Eine Möglichkeit zur Fokussierung von Röntgen-Strahlen

VON HORST EBEL UND ROBERT KAISER

Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule in Wien (Vorstand: o. Prof. Dr. FRANZ LIHL)
(Z. Naturforsch. **18 a**, 1371–1372 [1963]; eingeg. am 8. November 1963)

Für Linienbreiten- und Gitterkonstantenuntersuchungen unter Verwendung fokussierender Filmverfahren sind ebene konfokale RÖNTGEN-Strahlenbündel erforderlich. Zur Erzeugung derartiger Strahlenbündel kann neben fokussierenden Monochromatoren die von FREVEL¹ verifizierte Sollerblende herangezogen werden. Eine oder mehrere Schlitzblenden engen die Fokallinienlänge ein, wodurch das Sollerblendensystem durch ein Kollimatorsystem ersetzt werden könnte. Der Vorteil dieser Fokussierungsart gegenüber den Monochromatoren besteht in einer von der Wellenlänge unabhängigen Fokaldistanz, verhältnismäßig hoher Intensität und nicht zuletzt in der einfachen Herstellung einer Fokussierungseinheit mit gewünschter Fokaldistanz. Die Kollimatoren, deren Achsen sich im Brennpunkt schneiden, liegen dabei in einer Ebene, die gleichzeitig den Strichfokus der RÖNTGEN-Röhre enthält. Die geometrischen Verhältnisse zeigt die Abb. 1. Aus der benötigten Brennweite und

der zulässigen Dimension des Brennpunktes ergeben einfache Überlegungen die Länge und den Durchmesser der Kollimatoren.

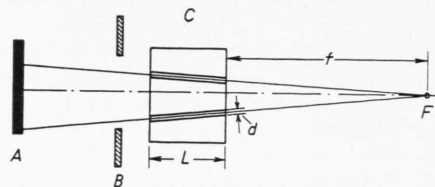


Abb. 1. Schematischer Strahlengang bei Kollimatorfokussierung (A Strichfokus der RÖNTGEN-Röhre, B Röhrenfenster, C Fokussierungseinheit, F Brennpunkt, L Kollimatorlänge, d Kollimatordurchmesser).

Im folgenden sei kurz eine Möglichkeit zur Herstellung einer Fokussierungseinheit beschrieben. Die Kapillaren werden nach der von PRESTON² angegebenen Methode gewonnen. Dazu werden passende Drähte in einer Ebene so abgespannt, daß sie in einem fiktiven Punkt zusammentreffen. Aus der Fokaldistanz, dem Drahtdurchmesser und der Länge des Strichfokus folgt die Zahl der Kollimatoren und damit der Drähte. Sodann wird im gewünschten Abstand vom Schnittpunkt eine zweiteilige Gußform angebracht, deren Trennebene zwi-

¹ L. K. FREVEL, Rev. Sci. Instrum. **8**, 475 [1937].

² R. D. PRESTON, Phil. Trans. Roy. Soc. B **224**, 131 [1934].