

wobei die Integration nur über den UV-Anteil erstreckt wird, wie er sich aus dem Energieverlustspektrum ergibt. Die Vernachlässigung des Infrarot-Anteils macht einen Fehler von wenigen Promille aus. δ bezeichnet eine Energie, die klein ist gegenüber allen Energien, bei denen der UV-Beitrag von Null verschieden ist, jedoch groß gegen die Energie des Reststrahloszillators. Das Verfahren läßt sich sinngemäß auf optische Absorptionsspektren übertragen.

Zur Berechnung des Integrals wurde die Energieverlustfunktion unterhalb 5.9 eV gleich Null gesetzt; oberhalb 38 eV wurde ein auch experimentell bestätigter Abfall mit $1/E^3$ angenommen und die Integration geschlossen ausgeführt. Bei KBr ist $\epsilon_\infty = 2,33$. Nach der Normierung wurde gemäß (1) aus $\text{Im}(1/\epsilon)(E)$ zunächst $\text{Re}(1/\epsilon)(E)$ berechnet. Aus beiden erhält man dann die optischen Konstanten. Bis 15 eV stimmen sie mit Daten, die von ROESSLER⁶ aus optischen Reflexionsmessungen berechnet wurden, gut überein. Bei höheren Energien treten jedoch beträchtliche Abweichungen auf. Das gleiche Verhalten wurde auch beim Vergleich optisch^{1, 6} und mit Elektronen bestimmter $\text{Im } 1/\epsilon$ -Werte⁴ gefunden.

Zur Untersuchung dieser Abweichungen wurde aus unseren Daten der optische Absorptionskoeffizient $\mu(E)$ berechnet und mit Originalmessungen verglichen. Quantitativ läßt sich der Vergleich jedoch nicht führen, da optische Messungen nur die Größe μD mit meist unbekannter Schichtdicke D ergeben. Die Gegenüberstellung des von uns aus Energieverlustmessungen an Elektronen berechneten Absorptionskoeffizienten und des von EBY, TEEGARDEN und DUTTON⁷ gemessenen Absorptionsspektrums in Abb. 1 bestätigt die erwähnte Übereinstimmung bei niedrigen Energien. Wie Abb. 2 zeigt, besteht eine ähnlich gute Übereinstimmung unserer Werte mit Messungen von METZGER und DUCKETT⁸ auch oberhalb 15 eV. Die Ursachen für die oben genannten Unterschiede sind demnach in den Meßwerten^{1, 6} zu suchen.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, daß das Energieverlustspektrum von Elektronen auch in diesem Energiebereich durch die Funktion $-\text{Im}(1/\epsilon)$ beschrieben werden kann und daß zur Berechnung optischer Konstanten auch Energieverlustmessungen herangezogen werden können.

Herrn Professor Dr. H. RAETHER danke ich herzlich für seine Anregung und Förderung dieser Arbeit.

⁶ D. M. ROESSLER, unveröffentlicht.

⁷ J. E. EBY, K. J. TEEGARDEN u. D. B. DUTTON, Phys. Rev. **116**, 1099 [1959].

⁸ P. H. METZGER u. S. W. DUCKETT, Phys. Rev. **137**, A 953 [1965].

Röntgenographische Korngrößenbestimmung an texturbefallenen grobkristallinen Stoffen

HORST EBEL und ALFRED WAGENDRISTEL

Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule

Wien

(Z. Naturforsch. **23 a**, 337—338 [1968]; eingegangen am 22. August 1967)

Zur Korngrößenbestimmung an grobkristallinen Stoffen stehen mehrere Verfahren¹⁻⁶ zur Verfügung. Diese machen von der Interferenzpunktzählung auf den Beugungskreisen¹⁻³, der Auswertung der Interferenzpunkt-abmessungen⁴ und der statistischen Schwankung der gebeugten Intensität bei einer Probenbewegung^{5, 6} Gebrauch. Von den genannten Möglichkeiten zur Korngrößenbestimmung sind jedoch nur zwei^{4, 6} auf texturbefallene Proben anwendbar. Während die in⁶ erörtere Berücksichtigung des Textureinflusses auch auf das Verfahren nach⁵ übertragbar ist, steht für die Verfahren¹⁻³ ein quantitatives Korrekturverfahren aus. Die folgenden Ausführungen behandeln daher den Einfluß einer Vorzugsorientierung auf die nach den Interferenzpunktzählverfahren bestimmten Korngrößenwerte.

Die bei senkrechter Inzidenz des Primärstrahles auf die Probenoberfläche am Debye-Scherrer-Kreis zu beobachtende Interferenzpunktzahl z beträgt

$$z = p \cdot V / \bar{v};$$

p Wahrscheinlichkeit beugungsgünstiger Kristallitlagen,
 V vom einfallenden Strahl erfaßtes Probenvolumen,
 \bar{v} mittleres Kristallitvolumen.

Von diesem Grundgedanken ausgehend, ergibt sich die Korngröße G (nach¹)

$$G = \sqrt[3]{\frac{p a^2 \pi \ln t_2/t_1}{4 Y \bar{\mu}}}; \quad \bar{\mu} = \mu \cdot \left(1 + \frac{1}{|\cos 2 \Theta|}\right);$$

t_2/t_1 Verhältnis der Belichtungszeiten der für dieses Verfahren erforderlichen beiden Aufnahmen,

a Kollimatordurchmesser,
 Y Differenz der Interferenzpunktzahlen desselben Beugungskreises auf den beiden Aufnahmen,
 μ linearer Absorptionskoeffizient der verwendeten charakteristischen Strahlung im Probenmaterial.

Das Verfahren in² führte zu einer Korngröße G

$$G = \sqrt[3]{\frac{p a^2 \pi \ln 2}{4 Z \bar{\mu}}}.$$

¹ R. A. STEPHEN u. R. J. BARNES, J. Inst. Metals **60**, 593 [1937].

² A. WAGENDRISTEL, H. EBEL u. K. BARTSCH, Z. Naturforsch. (im Druck).

³ H. EBEL, Z. Met. **56**, 560 [1965].

⁴ G. L. CLARK, Applied X-Rays, 4. Aufl. (1955), McGraw-Hill, New York, S. 682—686.

⁵ B. E. WARREN, J. Appl. Phys. **31**, 2237 [1960].

⁶ A. WAGENDRISTEL, H. EBEL u. F. LIHL, Z. Angew. Phys. **23**, 30 [1967].



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.

Z ist die Differenz der Interferenzpunktzahlen auf den α_1 - und α_2 -Beugungskreisen ein und derselben Netzebenenschar.

Die mittlere Korngröße A_0 nach ³ folgt schließlich zu

$$A_0 = \sqrt[3]{\frac{p(a+A)^2\pi}{32\bar{i}_0 n(\bar{i}_0) \bar{\mu}}};$$

A Durchmesser des einfallenden Strahlenbündels an der Probenstelle,

\bar{i}_0 die am häufigsten vertretene Interferenzpunktintensität,

$n(\bar{i}_0)$ der zugehörige Wert der Häufigkeitsverteilung $n(i)$.

Die Korngrößenwerte sind dementsprechend proportional zu $p^{1/3}$. Liegt eine Gleichverteilung der Kristallitlagen vor, dann folgt für p

$$p = \frac{m_{hkl} \cdot \cos \Theta \cdot \Delta \Theta}{2};$$

m_{hkl} Flächenhäufigkeit,

$\Delta \Theta$ Divergenz des den Kristalliten treffenden Strahlenbündels.

Während üblicherweise p durch den obigen Ausdruck ersetzt wird, gestatten die allgemein gehaltenen Bestimmungsgleichungen für die Korngrößen eine Berücksichtigung des Textureinflusses. Dazu ist das Poldiagramm der zur Korngrößenbestimmung herangezogenen Netzebenen aufzunehmen. Aus diesem kann der Mittelwert I_m der gebeugten Intensität entsprechend einer regellosen Verteilung der Kristallitlagen zu

$$I_m = \frac{1}{n b} \sum_n \sin \vartheta_i \int_{x_i}^{x_{i+1}} I_i(x) dx$$

ermittelt werden.

ϑ_i mittlerer Neigungswinkel während der i -ten Azimutumdrehung,

$I_i(x)$ registrierter Intensitätsverlauf während der i -ten Azimutumdrehung,

$b =$

$x_{i+1} - x_i$ Papiervorschub des Registrierschreibers während einer Azimutumdrehung.

Einer Planfilmrückstrahlaufnahme ist ein Neigungswinkel $\vartheta = 90 - \Theta$ zuzuordnen. Es ist daher am Texturgoniometer eine zusätzliche Messung mit festem Neigungswinkel über eine volle Azimutumdrehung erforderlich. Das Verhältnis des Mittelwertes der Intensität \bar{I}

$$I = \frac{\sin(90 - \Theta)}{b} \int_0^b I(x) dx$$

zu I_m stellt den gesuchten Faktor dar. In den Gleichungen für die Korngröße bei den Verfahren in ¹⁻³ ist dann p durch

$$\frac{m_{hkl} \cdot \cos \Theta \cdot \Delta \Theta}{2} \cdot \frac{I}{I_m}$$

zu ersetzen.

Zur experimentellen Durchführung sei bemerkt, daß die Rückstrahlaufnahmen Glanzwinkel nahe $\Theta = 90^\circ$ erfordern, während die Texturbestimmung einfacher im Glanzwinkelbereich $\Theta < 45^\circ$ auszuführen ist. Das bedeutet, daß für die Rückstrahlaufnahmen günstig Netzebenen der Indizierung (nh , nk , nl) verwendet werden und die Texturbestimmung gegebenenfalls unter Verwendung einer anderen charakteristischen Strahlung an den Netzebenen (h , k , l) erfolgt. Für die Texturaufnahme mit festem Neigungswinkel ist dabei der Glanzwinkel der Planfilmrückstrahlaufnahme heranzuziehen.

Nach diesem Verfahren vorgenommene Korngrößenbestimmungen an vorzugsorientierten Aluminiumproben ergaben bis zu 20-proz. Abweichungen gegenüber der bisherigen, die Vorzugsrichtung nicht berücksichtigenden Auswertung.

Herrn Prof. Dr. F. LIHL danken wir für das fördernde Interesse.