

(Mitteilung aus dem Physikalischen Institut der Universität Bonn.)

Die Erzeugung lichtstarker Röntgenspektren mit Hilfe von Konkavkristallen.

Von H. H. Johann in Bonn.

Mit 25 Abbildungen. (Eingegangen am 11. Februar 1931.)

Es wird geometrisch und rechnerisch abgeleitet, daß durch Braggsche Reflexion an der *konkaven* Seite eines zylindrisch gebogenen Kristalls ohne Spalt scharfe Spektren erzeugt werden können. Die der Methode anhaftenden besonderen Fehlerquellen werden besprochen und ihre Lichtstärke mit der anderer Methoden verglichen. Ferner wird ein nach diesen Prinzipien gebauter Spektrograph beschrieben. Einige damit erhaltene Spektren werden wiedergegeben. Voraussichtliche Anwendungsgebiete der Methode.

Einleitung. Allen Methoden der Röntgenspektroskopie ist gemeinsam, daß zur Erzeugung einer Linie wegen der selektiven Braggschen Reflexion an einer Kristallebene *paralleles* Licht benutzt werden muß, aus dem man durch den Spalt oder eine Schneide ein schmales Bündel ausblendet. Bei der heute fast nicht mehr benutzten Methode des (konvex) „gekrümmten Kristalls“ kann wenigstens das für die Linie in Frage kommende Zylinderelement als Teil einer Ebene angesehen werden. Jedenfalls bedingt der Gebrauch parallelen Lichtes eine recht unrationelle Ausnutzung der Strahlungsenergie, die man gerne gesteigert hätte. In diesem Sinne schreibt E. Wagner* im ersten zusammenfassenden Bericht „Über Röntgenspektroskopie“:

„... Es ist eine Frage von Interesse, ob es mit biegsamem kristallinen Material möglich ist, Flächen zu belegen, die weitgeöffnete homogene Strahlenbündel fokussieren, und dadurch eine große Intensitätssteigerung ergeben.

Die Reflexionsbedingung $\varphi = \text{constans}$ schließt das aus. Indessen erlaubt eine zylindrische oder konische Fläche wenigstens konische Bündel zu vereinigen und dadurch eine hohe monochromatische Flächenhelligkeit zu erzeugen ...“

* E. Wagner, Phys. ZS. 17, 407, 1916.

Wurde die Frage nach einem zu höherer Intensität fokussierenden Spektrographen negativ beantwortet, so konnte Wagner doch einige „Monochromatoren“ für Röntgenstrahlen aus gebogenen Kristallen nennen, die in den folgenden Jahren noch um einige vermehrt wurden. Praktische Anwendung fand allerdings kein einziger. Ich brauche darum nur auf eine dieser Arbeiten näher einzugehen, weil sie eine gewisse, aber nur äußerliche Ähnlichkeit mit meinem weiter unten folgenden Vorschlag hat. Sie stammt von R. Darbord*. Ihr Gedanke möge an Fig. 1 besprochen werden, die mit kleinen Änderungen dem Original entnommen ist.

Ein 5 mm dickes Stück Glimmer wird so gebogen, daß der Krümmungsmittelpunkt sich in C befinde. Es ist in der Zeichnung durch seine im Schnitt kreisförmigen Atomflächen angedeutet. Legen wir einen Kreis durch C und zwei gleichweit davon entfernte Punkte I und S , so haben die Peripheriewinkel über IC und CS beide den gleichen Wert $\vartheta = 90^\circ - \varphi$, wobei φ ,

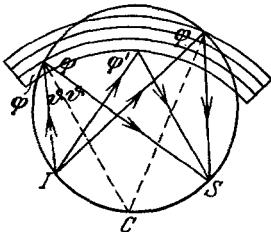


Fig. 1.

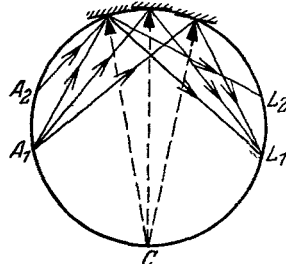


Fig. 2.

wie üblich, den durch die Braggsche Gleichung geforderten Reflexionswinkel bedeutet. Wo der Kreis das Glimmerstück schneidet, erfolgt dann eine Reflexion der vom Spalt I kommenden Strahlen nach S hin. Denn an diesen Stellen halbiert die Normale auf den Atomflächen den Winkel über IS , so daß Reflexion unter dem Winkel φ erfolgen kann.

Doch ist dazu zu bemerken, daß außer den so konzentrierten Strahlen einer Wellenlänge auch andersartige Strahlung nach S gelangt, etwa unter dem anderen Reflexionswinkel φ' , wie ich in der Zeichnung angedeutet habe. Diese Anordnung ist infolgedessen weder als Monochromator noch als Spektrograph höherer Intensität verwendbar.

Der Vollständigkeit wegen mögen noch die fokussierenden Pulvermethoden nach Seemann und Bohlin**, sowie Bragg-Brentano***

* R. Darbord, Journ. de phys. et le Radium **3**, 218, 1922.

** H. Seemann, Ann. d. Phys. (4) **59**, 455, 1919.

*** W. H. Bragg, Proc. Phys. Soc. **33**, 222, 1921; J. Brentano, Nature **112**, 652, 1923.

erwähnt werden, die jedoch nur für Strukturanalysen, nicht aber für Wellenlängenmessungen in Betracht kommen.

Die erste wirklich brauchbare, zu höherer Linienintensität fokussierende Spektrographenanordnung — bei der Braggschen Methode ist bekanntlich immer nur *eine* Stelle des Kristalls wirksam, so daß keine Intensitätssteigerung eintritt, geben Kirkpatrick und Du Mond* in zwei Arbeiten. Es ist, wenn man will, das von Darbord benutzte Prinzip, doch werden die den Kreis schneidenden Atomebenen durch kleine Kalkspatkristalle mit Schneide davor realisiert. Vgl. Figur 2. Da eine Ausblendung der Strahlenbündel durch die Schneiden erfolgt, ist ein besonderer Spalt überflüssig. Strahlen verschiedener Wellenlänge werden nach verschiedenen Punkten des „Bildkreises“ konzentriert, so daß diese Methode ein normales Spektrum liefert, mit einer Intensitätssteigerung, die der Größenordnung nach (vgl. einen späteren Abschnitt dieser Arbeit) der Anzahl der Kristalle proportional ist. Wegen der gleichzeitig wachsenden Justierungsschwierigkeiten dürfte diese Methode sich nur für ganz schwache Phänomene rentieren; auch sieht man aus der Figur ohne weiteres, daß die Aufstellung vieler Kristalle längs des Abbildungskreises von vornherein einen Verzicht auf kleine Reflexionswinkel bedeutet.

Angabe einer neuen Methode. Es gibt aber noch einen bedeutend einfacheren Weg, die spektrographische Lichtstärke zu steigern, nämlich durch Anwendung eines in geeigneter Weise gekrümmten Kristalles, etwa eines Glimmerblättchens, obwohl das obige Zitat aus Wagners Bericht diese Möglichkeit ausdrücklich verneint. Dieser Widerspruch löst sich indessen dadurch, daß Wagner eine geometrisch strenge Lösung des Problems im Auge hat, während im folgenden ein Näherungsverfahren angegeben werden soll.

Es ist an sich wohl recht naheliegend, die Rowlandsche Konkavgitteranordnung versuchsweise formal nachzubilden, indem man die Röntgenstrahlen an der Oberfläche der Innenseite eines zylindrisch gekrümmten Glimmerblättchens reflektieren läßt. Trotzdem ist dies, soweit ich ersehen konnte, noch nirgends beschrieben worden. Wohl wird in einigen Arbeiten der ersten Jahre die einleitend erwähnte Methode des „gekrümmten Kristalls“** spektroskopisch benutzt, aber hierbei werden

* Jesse DuMond u. Harry Kirkpatrick, Phys. Rev. (2) **35**, 136, 1930.

** M. de Broglie, C. R. **158**, 944, 1914; H. Rohmann, Phys. ZS. **15**, 510, 1914.

die Strahlen an der *konvexen* Seite des Kristalls reflektiert, nachdem sie einen Spalt passiert haben. Die Krümmung des Kristalls ermöglicht lediglich auf die Schwenkung zu verzichten, falls man ein vollständiges Spektrum der Antikathodensubstanz haben will, hat aber andere Nachteile im Gefolge, weswegen die Methode heute kaum noch benutzt wird.

Wie sind nun die geometrischen Verhältnisse bei der Reflexion von Röntgenstrahlen an der Konkavseite eines zylindrisch gebogenen Glimmerblättchens?

Ein Kreis des Radius r , den wir den „Bildkreis“ nennen wollen, werde im Punkte B berührt von einer zum doppelten Krümmungsradius $R = 2r$

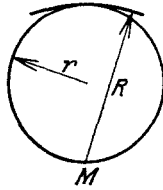


Fig. 3.

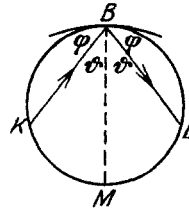


Fig. 4.

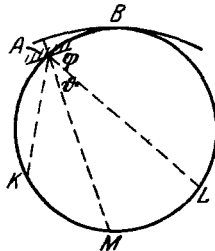


Fig. 5.

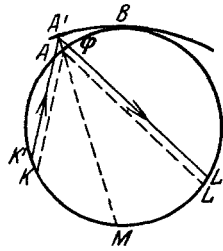


Fig. 6.

gebogenen Kristallfläche mit in erster Näherung äquidistanten Atomschichten, deren Krümmungsachse den Bildkreis im gegenüberliegenden Punkte M berührt. Unter dieser Voraussetzung wenden wir darauf die Bragg'sche Formel an, derzufolge eine gewisse Wellenlänge λ nur unter einem bestimmten Winkel φ „reflektiert“ wird, wenn wir von den verschiedenen Ordnungen absehen wollen (Fig. 3).

Die im Berührungspunkt B von Kristall und Bildkreis unter φ reflektierten Strahlen treffen in L den Bildkreis, nachdem sie etwa von K ausgegangen sind. (vgl. Fig. 4). Den Winkel $90 - \varphi$ bezeichnen wir mit ϑ . Alle Peripheriewinkel über den gleichen Bogen KM und ML sind ebenfalls $= \vartheta$. Ziehen wir nun etwa eine Sehne MA (Fig. 5), so finden wir mithin

den Winkel φ selbst wieder vor zwischen KA bzw. LA und der Senkrechten auf MA in A , längs deren sich jedoch nicht wie bei Kirekpatrick und DuMond eine reflektierende Kristallfläche befindet. Vielmehr ist diese um ein Geringes parallel verschoben und wird durch ein Zylinderelement bei A' dargestellt, da dessen Krümmungsmittelpunkt in M liegt. Der Strahlengang wird also ebenfalls um eine entsprechende Strecke parallel verschoben (Fig. 6).

Das gleiche Ergebnis finden wir für die Reflexion in einem anderen Punkte C' , der auf der A' entgegengesetzten Seite von B liegt, so daß wir in Fig. 7 das Schema des gesamten Strahlenganges zeichnen können:

Zu beachten ist dabei, daß die durch die Randstrahlen verursachte Linienverbreiterung für beide Kristallhälften in gleichem Sinne wirkt, so daß jedenfalls die *eine* Linienkante wohldefiniert bleibt.

Zusammenfassend läßt sich also sagen: Bei einem Konkavkristall fokussiert die ganze Oberfläche in erster Näherung *gleichzeitig* eine nur vom

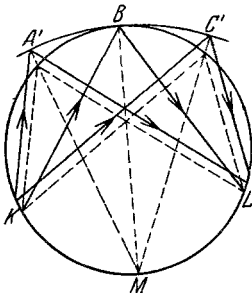


Fig. 7.

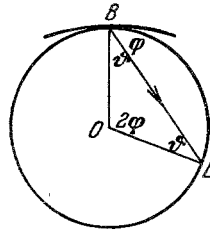


Fig. 8.

Auffallswinkel abhängige Wellenlänge aus einem *divergenten* Bündel wieder nach einer bestimmten Linie hin. Der Ort aller Linien ist ein Kreis des halben Radius. Die Linien zeigen eine vom Öffnungswinkel des Kristalls abhängige Verbreiterung nach kurzen Wellen hin. Durch Anwendung nicht zu großer Öffnungswinkel lassen sich bei immer noch hoher Steigerung der Intensität beliebig scharfe Linien erzeugen, wie weiter unten ausgeführte Berechnungen dartun werden.

Von besonderer Bedeutung ist die auf den ersten Blick überraschende Tatsache, daß bei dieser Methode weder Spalt noch Schneide erforderlich sind, im Gegenteil würde eine solche Begrenzung des Strahlenbündels sehr unzweckmäßig sein. Denn für die Schärfe der Linien ist nicht die Breite des zur Abbildung gelangenden Ausgangspunktes der Strahlung maßgebend,

sondern der Öffnungswinkel des Kristalls. Strahlen, die in einem anderen Punkt des Bildkreises sich schneiden, treffen unter anderem Winkel auf den Kristall auf, werden also nur reflektiert, wenn sie eine andere Wellenlänge besitzen, und zwar nach dem zu der Mittellinie MB symmetrischen Punkte hin. Die Bedeutung der Breite des Brennflecks liegt nur darin, daß — falls dieser auf dem Bildkreise sich befindet, was aber auch nicht nötig ist — sie den gleichzeitig abgebildeten Spektralbereich darstellt, der durch einen Spalt nur eingengt würde.

Für die Definition einer Linie ist, wie oben erwähnt, deren langwellige Kante maßgebend. Diese wird durch den im Berührungspunkt B (vgl. Fig. 4) reflektierten Strahl gebildet. Zur Identifikation einer Linie ist mithin der Linienort L mit B zu verbinden. Wenn $\vartheta = 90 - \varphi$ angenommen wird, so sieht man aus Fig. 8 leicht, daß der Winkel $BOL = 2\varphi$ ist. Wir erhalten

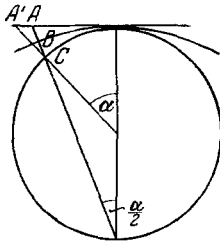


Fig. 9.

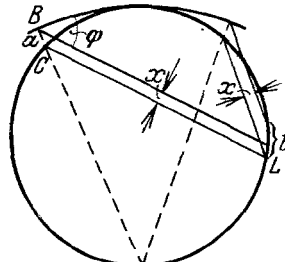


Fig. 10.

somit längs des Abbildungskreises eine einfache Sinusdispersion, wodurch die Auswertung erleichtert wird.

Die zu erwartende Linienbreite. Es sei jetzt die Frage nach der Linienbreite näher untersucht. Wie oben bereits erwähnt, hängt sie von dem Abstände zwischen Randpartien des Kristalls und Abbildungskreis ab, der im folgenden berechnet werden möge. Als Hilfsgröße benötigen wir jedoch zunächst den Abstand zwischen Tangentialebene und Kristall als Funktion des Öffnungswinkels (vgl. Fig. 9).

Es ist

$$\begin{aligned}
 AB &= 2r \left(\sec \frac{\alpha}{2} - 1 \right) = 2r \left(\frac{1}{\cos \frac{\alpha}{2}} - 1 \right) \sim 2r \left(\frac{1}{1 - \frac{\alpha^2}{2 \cdot 2!}} - 1 \right) \\
 &= 2r \left(1 + \frac{\alpha^2}{8} - 1 \right) = \frac{1}{4} r \alpha^2.
 \end{aligned}$$

Ferner ist der Abstand zwischen Tangentialebene und Bildkreis:

$$AC = r (\sec \alpha - 1),$$

woraus sich in einer zur vorhergehenden analogen Rechnung ergibt:

$$AC \sim \frac{1}{2} r \alpha^2 = 2 AB.$$

Für kleine Winkel α gilt aber

$$A'C \rightarrow AC$$

und

$$BC = AC - AB = 2 AB - AB = AB.$$

Mithin gilt näherungsweise für den Abstand zwischen Kristallrand und Bildkreis selbst:

$$a = \frac{1}{4} r \alpha^2.$$

Die Linienbreite hängt aber noch von dem Auffallswinkel auf den Film ab, der im übrigen sich vom Reflexionswinkel um höchstens $\frac{1}{2} \alpha$ unterscheidet. Nun gilt für den Abstand x des parallel verschobenen Strahlenganges von der Sehne

$$a \cos \varphi = x = b \sin (\varphi + \frac{1}{2} \alpha)$$

für die brennfleckseitigen,

$$a \cos \varphi = x = b \sin (\varphi - \frac{1}{2} \alpha)$$

für die bildseitigen Randstrahlen (vgl. Fig. 10).

Bei kleinen Öffnungswinkeln α gilt also im Mittel:

$$a \cos \varphi = b \sin \varphi,$$

woraus sich eine mittlere Linienverbreiterung von

$$b = a \cotg \varphi = \frac{1}{4} r \alpha^2 \cotg \varphi$$

ergibt, oder auch

$$b = \frac{\delta^2}{16r} \cotg \varphi,$$

wenn man α durch die lineare Öffnung δ des Kristalls und seinen Krümmungsradius $R = 2r$ ausdrückt.

Zur Orientierung über die Größenordnung von b diene die folgende Zusammenstellung, wenn $2r = 200$ mm und $\delta = 10$ mm genommen wird:

Tabelle I.

φ	b (mm)
10°	0,35
20°	0,17
30°	0,11
60°	0,036

Die oben gewonnene Formel für die Linienbreite gibt ferner die Möglichkeit, den Intensitätsverlauf einer Linie zu berechnen. Sie stellt nämlich nicht nur die eigentliche Breite der Linie dar, sondern allgemein den Abbildungsfehler b , den eine Kristallstelle hervorruft, wenn sie vom Berührungspunkt den Abstand $\frac{1}{2} \delta$ hat. Daraus folgt nun, daß die durch Steigerung der Öffnung erzielte Vermehrung der Gesamtintensität einer Linie sich auf das Gebiet der gleichzeitig eintretenden Verbreiterung beschränkt, die Intensität der anderen Linienteile aber nicht mehr beeinflußt.

Die von einem Stück Kristalloberfläche reflektierte Intensität ist proportional der reflektierenden Breite, somit ist die Gesamtintensität

$$I = k\delta,$$

k eine Konstante. Wenn noch $i = f(x)$ die Intensität eines Linienelements im Abstand x von der langwelligen Kante 0 darstellt, so gilt

$$\int_0^b f(x) dx = I = k\delta = \frac{k}{\sqrt{c}} \sqrt{b},$$

indem aus der oben abgeleiteten Formel

$$b = \frac{\delta^2}{16r} \cotg \varphi$$

für einen bestimmten Winkel folgt:

$$b = c\delta^2,$$

c eine Konstante. Durch Differenzieren erhalten wir

$$f(b) = \frac{d}{db} \int_0^b f(x) dx = \frac{k}{2\sqrt{c}} \frac{1}{\sqrt{b}}$$

oder allgemein für jedes x :

$$i = f(x) = \text{const} \cdot \frac{1}{\sqrt{x}}.$$

Somit wird im Falle $\text{const} = 1$ der Verlauf der Intensität bei großer Öffnung des Kristalls durch die bekannte Kurve der Fig. 11 dargestellt.

Besondere Fehlerquellen. Soweit die Theorie. Ich komme nunmehr zur Betrachtung der der Methode anhaftenden spezifischen Fehlerquellen, aus denen sich die Justierungsforderungen und die Konstruktion eines Spektrographen ergibt. Die erste Frage ist natürlich die, ob der Kristall

nach seiner durch die Krümmung erfolgten Deformation überhaupt noch imstande ist, die auffallenden Strahlen nach der Braggschen Formel zu reflektieren. Durch die Biegung darf die Äquidistanz der Atomschichten nicht geändert werden. Nun zeigt aber bereits eine Arbeit von Cermak*, daß dies der Fall ist, solange die Elastizitätsgrenze des Materials nicht überschritten wird, was ja ohne weiteres einleuchtet.

Passendes Material für unsere Zwecke ist z. B. Glimmer, von dem man unschwer geeignete Spaltstücke erhalten kann. Außerdem läßt sich eine Beobachtung von J. J. Trillat** verwenden, daß die Molekülschichten von Fettsäuren beim Verdunsten aus einer Benzollösung sich parallel zu einer beliebig geformten Oberfläche orientieren.

Dagegen erleidet die Gitterkonstante bei der Verbiegung eine aus den Elastizitätskonstanten des Kristalls zu berechnende Verringerung, die allerdings nur bei absoluten Messungen in Betracht käme. Sie soll darum hier nicht weiter untersucht werden.

Viel wichtiger ist eine Gruppe von Fehlern, die durch mangelhafte Einhaltung der geometrischen Bedingungen zustande kommen. Wir setzen dabei zunächst photographische Registrierung voraus.

Nach obiger Ableitung ist der Film längs eines Kreises auszubreiten, der vom Kristall berührt wird. Den Linienort findet man als zweiten Schnittpunkt einer Sehne mit dem Bildkreis, die im Berührungspunkt *B* (vgl. Fig. 8) die Tangente unter dem Winkel φ schneidet. Dann erfolgt der zweite Schnitt ebenfalls unter dem Winkel φ . Dies hat zur Folge, daß für den Fall einer Parallelverschiebung des Kristalls um den Betrag *a* oder eine Abweichung des Films vom Bildkreise um den gleichen Betrag eine Linienverschiebung

$$d = a \cotg \varphi$$

eintritt, und zwar je im entgegengesetzten Sinne. Diese Fehlerquelle ist also für große Winkel gering, während sie für kleine Winkel stark anschwillt.

Weiter kommt in Frage eine Fokusdifferenz des Konkavkristalls gegenüber dem ausgebreiteten Film (Fig. 12).

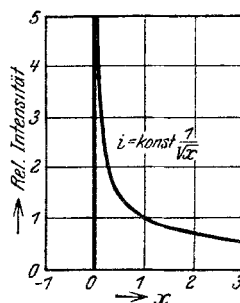


Fig. 11.

* P. Cermak, Phys. ZS. **17**, 405, 1916.

** Jean J. Trillat, C. R. **188**, 555, 1929.

Wir bezeichnen dabei die Differenz zwischen Kristallradius und Filmhalterdurchmesser mit

$$\Delta = 2r - R.$$

Diese Differenz verursacht eine symmetrische Linienverbreiterung b , die für den nur theoretisch existierenden Grenzfall $\varphi = 90^\circ$ ersichtlich den Wert

$$b = \frac{\delta}{R} \Delta$$

annimmt. Zur Berechnung der Unschärfe bei anderen Winkeln benötigen wir noch die Kenntnis der Δ und R entsprechenden Größen δ und BL . Davon ist die letztere

$$BL = 2r \sin \varphi \sim R \sin \varphi,$$

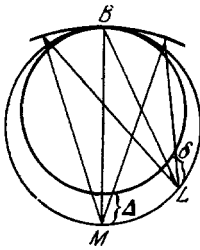


Fig. 12.

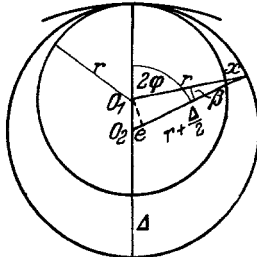


Fig. 13.

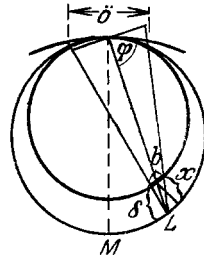


Fig. 14.

während δ sich auf dem Weg über die Hilfsgröße x berechnet, die den Abstand zwischen beiden Kreisen an einer bestimmten Stelle bezeichnen möge. Für sie gilt auf Grund von Fig. 13:

$$(r + x) \cos \beta = \left(r + \frac{\Delta}{2}\right) - e,$$

$$e = \frac{\Delta}{2} \cos 2\varphi,$$

$$\cos \beta \rightarrow 1,$$

falls es sich nur um kleine Fokusdifferenzen handelt. Es ist mithin

$$r + x = r + \frac{\Delta}{2} - \frac{\Delta}{2} \cos 2\varphi,$$

$$x = \frac{\Delta}{2} (1 - \cos 2\varphi).$$

Nun ist

$$\delta = \frac{x}{\sin \varphi}$$

wie aus Fig. 14 hervorgeht. Demgemäß gilt auf Grund der Proportion:

$$b \sin \varphi : \delta \sin \varphi = \delta : BL$$

auch

$$b = \frac{\delta}{R} \frac{x}{\sin^2 \varphi} = \frac{\delta}{R} \frac{\Delta}{2} \frac{1 - \cos 2\varphi}{\sin^2 \varphi}.$$

Durch eine kleine Umformung finden wir den Wert des letzten Bruches = 2, so daß für sämtliche Winkel eine durch die Fokusdifferenz verursachte *symmetrische* Linienverbreiterung

$$b = \frac{\delta \Delta}{R}$$

sich ergibt. Dies gibt beispielsweise für eine Öffnung $\delta = 10$ mm, $R = 200$ mm, $\Delta = 0,5$ mm eine Unschärfe $b = 0,025$ mm.

Diese symmetrische Linienverbreiterung erfordert bei der Ausmessung jedoch keine Korrektur, wenn es sich um eine relative Messung handelt, da sie bei allen Linien in gleicher Weise wirksam ist.

Störender ist der Einfluß der endlichen Schichtdicke d des Films. Diese bewirkt, worauf bereits A. P. Weber* hinweist, eine Verschiebung der in Frage kommenden Linienkante um den Betrag $d \cotg \varphi$, ist also winkelabhängig.

Dagegen hat das Eindringen der Strahlung in den Kristall nur eine Schwerpunktsverlagerung zur Folge, die bei einer Kantenmessung nichts zu sagen hat.

Schließlich sei noch auf die Bedeutung des *natürlichen* Intensitätsverlaufs einer Linie hingewiesen, der in einer Arbeit von R. D'heil** vor kurzem behandelt worden ist. Ihr zufolge wird eine Kantenmessung immer eine Differenz gegenüber einer Methode ergeben, bei der der Schwerpunkt einer Linie zu messen ist.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß nur zwei der Fehlerquellen winkelabhängig sind, und bei kleinen Winkeln beträchtliche Korrekturen verlangen, wenn über ein größeres Winkelgebiet hinweg gemessen wird und man hohe Genauigkeit anstrebt. Hat man dagegen in nächster Nähe der zu messenden Stelle eine Referenzlinie, so ist diese Fehlergruppe in ungefähr gleicher Weise wirksam und kann vernachlässigt werden, besonders bei großen Winkeln. Unter dieser Einschränkung dürfte die neue Methode mit den altbewährten auch hinsichtlich der Genauigkeit konkurrieren können.

* A. P. Weber, ZS. f. wiss. Photogr. **23**, 149. 1925.

** R. D'heil, Dissertation Bonn 1931.

Absolute Messungen sind mit ihr zwar theoretisch möglich, nach dem Gesagten aber nicht leicht, vor allem besteht heute kein Bedürfnis mehr danach, indem genügend intensive Linien aller Wellenlängen gemessen sind. Vielmehr ist für diesen Zweck selbstverständlich diejenige Methode am geeignetsten, die infolge geringster Fehlerquellen die genauesten Messungen ermöglicht, ob die Belichtungszeiten nun kurz oder lang sind.

Lichtstärke. Die Bedeutung der Methode des Konkavkristalls liegt vielmehr vor allem in ihrer allen anderen Methoden überlegenen *Lichtstärke*. Wenn die folgenden Betrachtungen zu deren Berechnung auch zum Teil altbekannt sind, so möchte ich die hierbei zu beachtenden Gesichtspunkte doch nochmals kurz zusammenstellen.

Je nach dem Zweck der Untersuchung legt man Wert auf Helligkeit nur *einer* Stelle des Spektrums, die in diesem Falle mit ruhendem Kristall aufgenommen werden kann. Ich möchte dies die Forderung nach *lokaler Helligkeit* nennen, die sich auch als „Intensität/Grad“ ausdrücken läßt. Durch Multiplikation mit dem gleichzeitig abgebildeten Winkelbereich erhalten wir ein davon verschiedenes Maß der Lichtstärke, das vor allem bei Übersichtsaufnahmen von Bedeutung ist. Es sei *Gesamthelligkeit* genannt.

Das eine Linie erzeugende Strahlenbündel ist nach seiner Reflexion in der einen Richtung divergent, in der anderen bei ebenen Kristallen parallel bzw. bei einem Konkavkristall konvergent. Daraus folgt unmittelbar:

1. Sowohl die lokale wie auch die gesamte Helligkeit sind umgekehrt proportional der Entfernung Antikathode—photographische Schicht, ganz unabhängig von der Methode. (Die sich gleichzeitig ändernde Länge der Spektrallinien hat auf die Erkennbarkeit keinen Einfluß.)

2. Die beiden Helligkeiten sind ferner proportional der Breite des Kristallabschnittes, der gleichzeitig die Strahlen nach der Linie hin reflektiert. Dies ist bei ebenem Kristall das Produkt aus der Spaltweite bzw. dem doppelten Schneidenabstand und dem Kotangens des Reflexionswinkels, beim Konkavkristall dagegen die „lineare Öffnung“.

3. Der gleichzeitig abgebildete Winkelbereich ist außer bei dem (konvex) „gekrümmten Kristall“ identisch mit dem Winkel, unter dem die Strahlenquelle vom Perspektivitätszentrum aus bzw. von der Perspektivitätsachse aus erscheint. Diese wird bei ebenem Kristall durch den Spalt oder die Schneide dargestellt, beim Konkavkristall durch seinen Berührungspunkt mit dem Bildkreis, bei dem oben erwähnten „Vielkristall-

spektrographen“ nach Kirkpatrick und DuMond in ähnlicher Weise durch die Schneide des mittelsten Kristalls. Bei der Methode des eingangs erwähnten (konvex) „gekrümmten Kristalls“ dagegen existiert kein Perspektivitätszentrum, worin ja ihr Hauptnachteil besteht. Die Gesamthelligkeit ist trotzdem proportional dem Winkel, unter dem vom Spalt aus der Brennfleck erscheint, wie wohl nicht erst bewiesen zu werden braucht. Die lokale Helligkeit sinkt entsprechend der durch die Krümmung erzielten Vergrößerung des Spektralbereichs.

Wenn der Brennfleck ein Teil des Bildkreises ist, so ist der gleichzeitig abgebildete Winkelbereich nach dem Peripheriewinkelsatze der Geometrie unabhängig von der Stellung des Spektrographen, was für den erwähnten „Vielkristallspektrographen“ nach Kirkpatrick und DuMond in gleicher Weise wie für die Konkavkristallmethode gilt.

Unter Berücksichtigung dieser drei wesentlichen Punkte lassen sich nun Formeln für die geometrische Lichtstärke einer röntgenspektroskopischen Apparatur aufstellen, deren Konstanten die Brennfleckeigenschaften und die Reflexionsfähigkeit des Kristalls enthalten. Es möge dabei bedeuten:

δ = Breite des reflektierenden Kristallabschnittes.

a = Abstand Brennfleck-photographische Schicht.

b = Abstand Brennfleck—Perspektivitätsachse, näherungsweise umgekehrt proportional dem betreffenden Gesichtswinkel.

Man findet:

1. Die *lokale* Helligkeit i beträgt

$$i = \text{const} \cdot \frac{\delta}{a}.$$

2. Die *gesamte* Helligkeit I ist

$$I = \text{const} \cdot \frac{\delta}{ab}.$$

Auf Grund der so gewonnenen Formeln seien die Helligkeiten der einzelnen Methoden einander zahlenmäßig gegenübergestellt, unter Annahme der gebräuchlichen Dimensionen für eine Entfernung von 200 mm zwischen Perspektivitätszentrum und photographischer Schicht, an deren Stelle bei den beiden fokussierenden Methoden 100 mm Bildkreisradius tritt. Die geometrisch begründete Linienbreite soll 0,05 mm betragen. Dies ist bei den Methoden mit ebenem Kristall, falls die photographische Schicht senkrecht zum Strahl steht, nach obigem bei einer reflektierenden Breite

von $0,05 \cdot \cotg \varphi$ mm der Fall, beim Vielkristall darf jeder einzelne Kristall wegen des schrägen Auffalls auf den Film nur auf einer Breite von 0,05 mm selbst reflektieren, für den Konkavkristall berechnet sich für diesen Fall die Breite zu etwa 6,8 mm. Der Reflexwinkel möge 30° betragen, der Strahlengang hat dann bei den beiden fokussierenden Methoden eine dem Durchmesser des Bildkreises gleiche Länge, indem er gleich $4r \cdot \sin 30^\circ = 2r$ ist.

Tabelle 2.

Methode	δ	a	b	$i \cdot 10^{-3}$	$I \cdot 10^{-5}$
Spalt vor dem Kristall (Bragg-Moseley)	0,09	215	15	4,2	28
Spalt am Kristall (Schneide)	0,09	240	40	3,8	9,4
Spalt hinter dem Kristall (Lochkamera)	0,09	270	70	3,3	4,7
Vielkristall (aus 10 Einzelstücken) . . .	0,5	200	200	25	12,5
Konkavkristall	6,8	200	200	340	170

Hinsichtlich der Gesamthelligkeit steht also an erster Stelle unter den älteren Methoden die Braggsche und die damit verwandte Moseleysche Anordnung. Doch ist diese Helligkeit — bei gleicher Flächenbelastung der Antikathode — nicht mehr wesentlich über den eingesetzten Betrag zu steigern, indem der gleichzeitig abgebildete Winkelbereich durch die Kristalldimensionen nach oben begrenzt ist.

Im Gegensatz dazu läßt sich bei der Methode des Konkavkristalls wie auch des Vielkristalls die strahlende Fläche in weiten Grenzen noch steigern, was sowohl bei der Erregung von schlecht wärmeleitendem Material auf der Antikathode von besonderem Vorteil ist, wie auch bei Sekundärerregung.

Ionometrische Registrierung. Falls man bei der Methode des Konkavkristalls mit Ionisationskammer arbeiten will, so bestehen zwei Möglichkeiten: Entweder man setzt einen Spalt vor die Kammer oder benutzt eine solche ohne Spalt, in diesem Falle würde der Spalt vor die Röntgenröhre zu setzen sein. Zwei Spalte, wie bei ebenem Kristall, sind auf keinen Fall erforderlich. Daß die Achse der Ionisationskammer stets nach dem Berührungspunkt zwischen Kristall und Bildkreis zeigt, ist durch eine einfache Mechanik unschwer zu erreichen.

Beide Möglichkeiten zeigt die folgende Fig. 15.

Die geometrische Lichtstärke ist in beiden Fällen die gleiche, jedoch erlaubt Fall II die Ionisationskammer doppelt so lang zu machen, ohne daß die Strahlen die Wände der Kammer berühren.

Beschreibung eines Spektrographen nach der Konkavkristallmethode.
 Zum Beweise für die Richtigkeit des im vorhergehenden entwickelten Vorschlages wurde in der Werkstatt des Instituts ein nach diesen Prinzipien konstruierter Spektrograph für relative Messungen bei photographischer Registrierung gebaut, mit dem besonderen Zweck, späterhin für Übersichtsaufnahmen im Vakuum und für spektralanalytische Untersuchungen zu dienen. Doch wurde er bei den vorläufigen Aufnahmen nur in freier Luft benutzt. Er ermöglicht durch Schwenken im Strahlengang die Aufnahme der Reflexionswinkel von 15^0 bis 70^0 auf einem Film bei einem Bildkreis-Filmhalterradius von 95,1 mm, was mit einem wirksamen Abstand zwischen Projektionszentrum und Linie von 190,2 mm identisch ist.

Seine wesentlichen Bestandteile sind Filmhalter und Kristallträger. Um die Schicht des Films möglichst genau auf den Bildkreis bringen zu

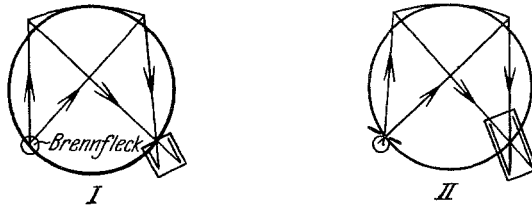


Fig. 15.

können, wurde der Film nicht an die Innen-, sondern an die Außenseite einer passenden Zylinderfläche gepreßt. Dadurch wird ein langer Schlitz im Zylinder erforderlich, so daß letzterer genügend verstrebt sein muß, damit er sich bei der Bearbeitung auf der Drehbank nicht verzieht. Der Spektrograph erhielt darum die Form einer etwa 30 mm hohen Dose, die im Grundriß einen Kreissektor von 120^0 bildet. Boden und Deckel von je 3 mm Stärke werden durch zwei starke zangenförmige Träger, die den Strahlengang freilassen, gegeneinander abgestrebt und tragen in einer Nut beide Hälften des Filmhalters. Alle Teile sind aus Messing und miteinander verlötet. Erst nach dem Zusammenlöten wurde der Filmhalter geschlitzt und zum Schluß mit möglichster Sorgfalt abgedreht. Längs der Eintrittsöffnung für die Strahlung bewegt sich eine Schieberblende, die mit einem Stift in einen spiralähnlichen Schlitz der Grundplatte ragt (Fig. 16). Durch diese Führung wird erreicht, daß in jeder Stellung des Spektrographen nur der Kristall in einer Breite von höchstens 15 mm freigegeben wird, aber keine direkte Strahlung auf den Film gelangen kann.

Der Kristallträger besteht aus 3 mm starkem, rechtwinklig gebogenem Blech und wird am Boden der Dose festgeschraubt. Der auf einer Messingplatte von $20 \cdot 30 \text{ mm}^2$ befestigte Kristall wird durch eine Schraube zum Anschlag an den verlängerten Filmhalter gebracht und dort festgehalten, wodurch eine einfache und genaue Justierung in den Bildkreis erreicht wird. Außerdem muß er noch um die horizontale Schraubenachse gedreht werden können, um so die Achse des zylindrischen Kristalls parallel zu der Achse des Filmhalters zu justieren. Dies geschieht mit zwei Schraubchen, die eine aus der Kristallunterlage herausragende Nase festklemmen. In Fig. 16

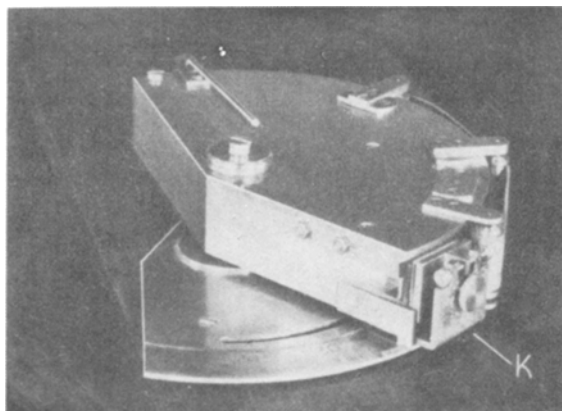


Fig. 16.

ist der Kristallträger mit *K* bezeichnet. Durch den links davon sichtbaren schrägen Schlitz gelangen die Strahlen von der Röhre her auf den Kristall.

Es erwies sich als zweckmäßig, die vom Kristall und seiner Unterlage ausgehende Streustrahlung nach Möglichkeit vom Film fernzuhalten, da sie sich schon bei mittlerer Härte der Röhre etwas unangenehm bemerkbar machte. Dieses Problem läßt sich nach Berg* lösen durch eine Schlitzblende, die jeweils nur die Teile des Films freigibt, die sich gerade im Glanzwinkel befinden.

In Anbetracht der bei dem hier beschriebenen Spektrographen großen Länge, die abgeschirmt werden sollte, kam als Blendenmaterial nur Blei-

* Ohne nähere Angaben zitiert bei: R. Glocker, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, S. 107. Berlin 1927.

gummi in Frage. Dieser besitzt bei 1 mm Stärke eine genügende Biegsamkeit, so daß die über den Film hinausragenden Enden über Rollen laufend aus dem Spektrographen herausgeführt werden können. Wird nun noch durch Verbinden dieser beiden Enden ein geschlossenes Band hergestellt, so ist auf einfachste Weise eine automatische Führung des Schlitzes möglich, indem das Band lediglich an einer Stelle des *außerhalb* verlaufenden Teiles festgehalten wird. Der Schlitz wandert dann, wie es erforderlich ist, mit doppelter Geschwindigkeit, aber gleichsinnig mit dem sich bewegenden Spektrographen.

In Fig. 17 sind die Enden des Gummistreifens auseinandergehakt, um den Blick auf den Filmhalter freizugeben. Außerdem ist dies notwendig, um den Film einlegen zu können.

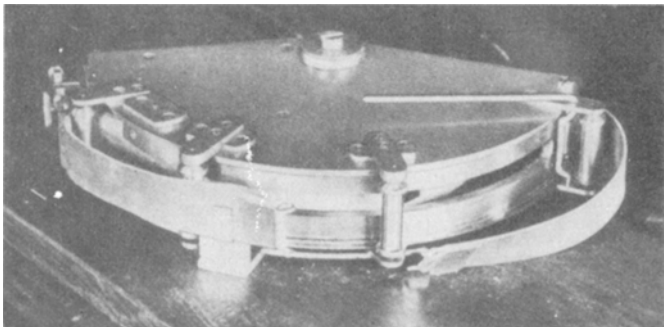


Fig. 17.

Der Film wird durch einen einseitig festgeschraubten Streifen aus 0,5 mm dickem Duraluminiumblech angedrückt, wenn dieser am anderen Ende durch einen Hebel *H* angezogen wird, der sich durch Reibung festklemmt. Diese Vorrichtung gewährleistet einerseits ein gutes, spannungsfreies Anliegen des Films, andererseits ein rasches und bequemes Auswechseln. Der Aluminiumstreifen ist in Fig. 17 weggelassen.

Die in Fig. 16 sichtbare Winkelteilung ist nur roh auf 30 Minuten und dient der Einstellung auf den ungefähren Reflexionswinkel.

Die übrige Versuchsanordnung. Die übrigen Teile der Apparatur stammen aus älteren Anordnungen und sind größtenteils vor kurzem von R. D'heil* beschrieben worden. Ich kann mich daher kurz fassen.

* l. c.

Der Spektrograph wird vor der Röhre durch Motorantrieb unter doppelter Schneckenübertragung geschwenkt, wenn man einen größeren Winkelbereich auf einmal abbilden will. Die Ionenröhre aus Messingguß wird durch eine Gaedesche Molekularpumpe in Verbindung mit einem Nadelventil auf das günstigste Hochvakuum gebracht. Die Ölpumpe evakuierte gleichzeitig eine 10 Liter-Glasflasche auf 2 mm, die dann statt ersterer für einige Stunden das Vorvakuum liefern konnte, wenn die Molekularpumpe erst einmal in Gang gebracht war.

Die Methode erfordert einen breiten Strahlenfächer, wenn alle Winkel zur Abbildung gelangen sollen, bei dieser Konstruktion von etwa 60°. Das Fenster zum Austritt der Strahlung erhielt darum die Form eines 2·40 mm großen Schlitzes, der mit einer aufgekitteten Aluminiumfolie von 0,12 mm Dicke verschlossen wurde.

Die Hochspannung wurde durch ein kräftiges Induktorium geliefert. Der mit der Röhre in Serie liegende gasgefüllte Ventilgleichrichter ließ eine maximale Stromstärke von 5 mA zu, während die Röhre im allgemeinen mit einer Spitzenspannung von 40 bis 45 kV, durch 4 cm Spitzfunkenstrecke gemessen, noch ruhig arbeitete.

Die bei den vorläufigen Aufnahmen benutzten Kristalle. Vorläufig wurde als Konkavkristall nur Glimmer benutzt, der wegen seiner leichten Spaltbarkeit und großen Elastizität sich dazu vor allem eignet. Außerdem ist es nicht schwer, davon gute Exemplare zu bekommen.

Die im folgenden mit Kristall 1 bis 5 bezeichneten Spaltstücke stammen sämtlich von demselben größeren Stück, das lediglich nach dem Gesichtspunkt ausgesucht worden war, daß seine Oberfläche bei schräger Betrachtung die gespiegelten Gegenstände nicht verzerrte. Der gleichen Vorprüfung wurden auch die kleineren Spaltstücke unterworfen, ehe sie zu Aufnahmen verwandt wurden. Denn eine scharfe Linienabbildung läßt sich bei dieser Methode nur bei optisch einwandfreier Zylinderfläche des gebogenen Kristalls erwarten, die eine gute Ebenheit in ungespanntem Zustande voraussetzt. Die Zylinderfläche wurde hergestellt, indem die Stücke mit sehr wenig Klebstoff und nur an zwei Rändern so auf einer konkaven Zylinderlinse aus Glas befestigt wurden, daß sie durch die beim Kleben erhaltene Spannung sich zum mindesten über ein größeres Gebiet hin an die Linsenoberfläche anlegten. Diese primitive Methode versagte bei drei zu dünnen Spaltstücken, da sie durch ungleichmäßiges Aufkleben eine schwach gewellte Oberfläche bekamen. Dagegen führte sie bei den übrigen zwei von den

insgesamt fünf untersuchten Spaltstücken, die ungefähr 0,1 mm dick ausfielen, zum Ziele. Wenn auch nicht alle Teile der aufgeklebten Kristalle den Anforderungen entsprachen, so konnte man durch eine Anzahl Aufnahmen doch bei beiden brauchbare Bereiche finden.

Die Justierung. Es ist zum Zustandekommen scharfer Linien durchaus nicht erforderlich, daß der Brennfleck sich auf dem Bildkreis befindet. Vielmehr empfiehlt sich dies lediglich dadurch, daß dann die lokale Helligkeit am größten ist, und ein bestimmter Reflexionswinkel leicht eingestellt werden kann. Der Brennfleck wurde darum nur ungefähr auf die Peripherie des Kreises gebracht.

Bei der oben beschriebenen Konstruktion war nur der Kristall genauer zu justieren. Zunächst wurde durch Aufnahmen ohne Ausblendung der Randstrahlen eine brauchbare Stelle der Oberfläche ausgesucht. Verließ der Schwärzungsverlauf einer Linie ungefähr wie der nach obiger Ableitung theoretisch zu erwartende, so wurde durch Wegblenden der Randpartien auf Schärfe der Linien hingearbeitet, die bei den Kristallen 1 und 5 bei der berechneten Öffnung $\delta = 8$ mm befriedigte. Da die Blenden eine Dicke von 0,8 mm besaßen, verminderte sich die reflektierende Fläche bei kleinen Reflexionswinkeln etwas, so daß die theoretische Linienbreite ungefähr konstant war. Zum Schluß wurden durch Drehen des Kristalls um eine horizontale Achse die Linien senkrecht zum Spektrum gestellt.

Die Aufnahmen. Die beigelegten Aufnahmen sollen nur zum Beweis dienen, daß die Methode des Konkavkristalls bei sehr geringen Belichtungszeiten schon intensive und zugleich scharfe Linien liefern kann. Aufgenommen wurde der Einfachheit halber die *K*-Serie des Kupfers, die auf der Antikathode erregt wurde. Das Negativmaterial war Agfa-Röntgenfilm, entwickelt mit Agfa-Röntgen-Rapidentwickler bei 18° C 4 Minuten lang.

Die Kupfer- $K\alpha$ -Linie wird in dem 0,12 mm dicken Aluminiumblech der Fensterbedeckung bereits zu 75 % absorbiert. Zur richtigen Beurteilung ist daher im folgenden nur ein Viertel der tatsächlichen Belichtungszeit eingesetzt. Die Betriebsspannung der Röhre betrug bei den Aufnahmen 40 bis 45 kV.

Zu Fig. 18. Aufgenommen mit dem nicht einwandfreien Kristall 2. Die Cu $K\alpha$ -Linien zeigen eine zu starke Verbreiterung und erscheinen sogar nochmals.

Fig. 19. Cu $K\alpha_{12}$ in fünfter Ordnung. Kristall 1, 15 mA sec.

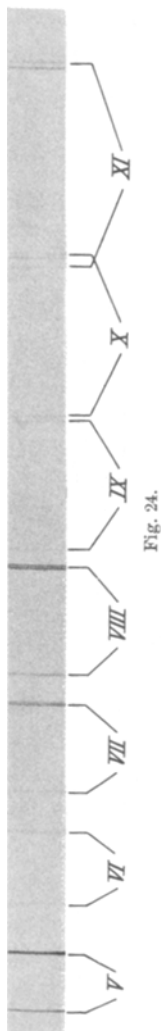


Fig. 24.

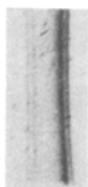
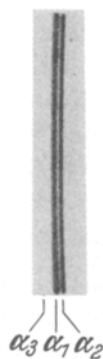
Fig. 18.
Vergr. 3 fach.Fig. 19.
Vergr. 4,6 fach.Fig. 20.
Vergr. 4,6 fach.

Fig. 21.

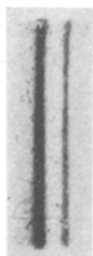
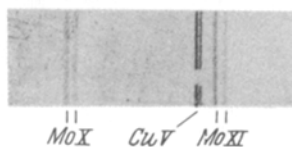
Fig. 22.
Vergr. 4,6 fach.Fig. 23.
Vergr. 4,6 fach.Fig. 25.
Vergr. 2,8 fach.

Fig. 20. Desgleichen, 1 mA sec mit Kristall 5. Beide Linien sind auf dem Original bereits deutlich sichtbar.

Fig. 21. Desgleichen, 30 mA sec mit Kristall 5. Die schwache Linie α_3 ist auf dem Original meßbar vorhanden.

Fig. 22. Die gleiche Aufnahme schwächer kopiert.

Fig. 23. Cu $K\alpha_{12}$ in elfter Ordnung. Kristall 5, Reflexionswinkel 58° , 180 mA sec.

Fig. 24. Während die vorhergehenden Aufnahmen mit feststehendem Spektrographen geschahen, wurden hier durch Schwenkung die Winkel von 20 bis 60° in 19 mA min aufgenommen. Es erschienen die fünfte bis elfte Ordnung der K -Serie von Cu. Während die kräftigeren Linien in allen Ordnungen deutlich sichtbar sind, sind die schwachen α_3 und β_2 nur in der fünften Ordnung erschienen. Außerdem zeigen die verschiedenen Ordnungen einen scheinbar periodischen Wechsel der Intensität, die Maxima in der fünften, achten und elften Ordnung aufweist, Minima dagegen in der sechsten und neunten. Doch wurde diese Erscheinung vorläufig nicht weiter verfolgt.

Fig. 25 zeigt neben den (unterbrochenen) Cu-Linien der fünften Ordnung noch die zehnte und elfte Ordnung von Mo $K\alpha_{12}$, die mit 2 mA min/Grad belichtet wurden. Cu wurde später kurz hinzueponiert.

Voraussichtliche Anwendungsgebiete. Wie bereits oben gesagt wurde, eignet sich die Methode des Konkavkristalls weniger zu absoluten als zu relativen Messungen. Hier aber dürfte sie wegen ihrer Lichtstärke auf vielen Gebieten große Vorteile gegenüber den älteren Methoden bieten, besonders in den Fällen, wo bisher die lange Dauer der Belichtungszeit die Hauptschwierigkeit darstellte. Es sei nur genannt: das Auffinden schwacher Linien und die Aufnahme von Absorptionsspektren*.

* Hier sei eine Bemerkung gestattet: A. Sandström berechnet in einer kürzlich erschienenen Arbeit (ZS. f. Phys. **65**, 632, 1930) nach der Formel für den Intensitätssprung an einer Absorptionskante

$$s = I_0 (e^{-\mu_1 d} - e^{-\mu_2 d})$$

die „günstigste Schichtdicke“ für die photographische Aufnahme einer solchen Kante, wenn nämlich

$$\frac{s}{I_0} = (e^{-\mu_1 d} - e^{-\mu_2 d})$$

ein Maximum sei. Von dem so gewonnenen Werte für d nimmt er stillschweigend an, daß er die günstigste Schichtdicke überhaupt darstelle, und unterläßt es ganz, auf den Einfluß des Faktors I_0 einzugehen. In Wirklichkeit können die Kontraste durch größere Schichtdicken noch weiter gesteigert werden, ohne daß man dabei das günstigste Schwärzungsgebiet zu verlassen braucht, wenn nur die Primärintensität I_0 genügend hoch ist. Dies scheiterte bisher allerdings häufig an unerträglichen langen Belichtungszeiten.

Ein zweites Hauptanwendungsgebiet dürfte die Spektralanalyse darstellen. Bei der gewöhnlichen Emissionsanalyse wird es ermöglicht, die Flächenbelastung von nicht hitzebeständigem Material zu verringern, ebenso wird die große Vorteile bietende Sekundärerregung wesentlich erleichtert, während die quantitative Analyse mit Hilfe der Absorptionssprünge in vielen Fällen erst durch diese Abkürzung der Belichtungszeiten in das Gebiet der Wirtschaftlichkeit rückt.

Es ist wünschenswert, die Methode auch auf Kristalle kleinerer Gitterkonstante als Glimmer auszudehnen. An diesem Problem wird zurzeit gearbeitet, und ich hoffe, in Bälde darüber berichten zu können.

Zum Schluß erfülle ich die angenehme Pflicht, meinem verehrten Lehrer, Herrn Prof. Dr. H. Konen für die Bereitstellung der Mittel und sein reges Interesse an der Durchführung der Arbeit meinen herzlichsten Dank auszusprechen. Ebenso danke ich der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft, deren Apparate ich zum Teil benutzen konnte.

Bonn, im Januar 1931.
