

# 30 Jahre Debye-Scherrer-Methode

Autor(en): **Brandenberger, E.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Prisma : illustrierte Monatsschrift für Natur, Forschung und Technik**

Band (Jahr): **1 (1946)**

Heft 5

PDF erstellt am: **06.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-653785>

## **Nutzungsbedingungen**

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

## **Haftungsausschluss**

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

macht die Erdatmosphäre elektrisch leitend und schafft so die Möglichkeit, mit Kurzwellen die ganze Erde zu umspannen. Während einer Eruption tritt noch die  $W_e$ -Strahlung hinzu, welche die Atmosphäre bis auf 80 km herunter elektrisch leitend macht, während normalerweise die Leitfähigkeit in 100 km Höhe endigt. In dieser tieferen Schicht werden aber die von einem irdischen Sender ausgehenden Wellen vollständig absorbiert; während einer Eruption sind alle auf der von der Sonne beschienenen Halbkugel verlaufenden Kurzwellenverbindungen vollständig unterbrochen.

Die solaren Partikel der  $P_e$ -Strahlung haben Geschwindigkeiten bis zu 2000 km/sec, so daß sie für die Zurücklegung der Distanz Sonne-Erde rund einen Tag benötigen, während die langsamere  $P_k$ -Strahlung zwei, vier oder gar sechs Tage benötigt. Die Partikelstrahlung macht sich hauptsächlich als magnetischer Sturm und als Polarlicht bemerkbar. Magnetischer Sturm bedeutet ein schnelles, unregelmäßiges Schwanken der Magnetnadel, das durch das

Auftreffen der solaren Korpuskeln bewirkt wird, die wegen ihrer Bewegung und elektrischen Ladung am Erdboden ein zusätzliches Magnetfeld erzeugen. Durch das irdische Magnetfeld werden die geladenen Partikel vornehmlich gegen die Polargebiete abgelenkt, treffen dort auf die Atmosphäre auf und bringen deren Sauerstoff- und Stickstoffbestandteile zum Leuchten. Am 25. Juli konnte in der eigangs erwähnten großen Fleckengruppe zwischen 17 h und 19 h gleichsam das Mündungsfeuer des Abschusses solarer Korpuskeln in Form einer gewaltigen Sonneneruption beobachtet werden und in der Nacht vom 26. auf den 27. Juli erreichten die solaren Geschosse die Erde und die Atmosphäre leuchtete unter deren Bombardement zu einem Nordlicht auf.

Die solar-terrestrischen Beziehungen sind heute so weit geklärt, daß die Eidgenössische Sternwarte in der Lage war, einen Prognosedienst für die Möglichkeiten der Kurzwellentelephonie und -telegraphie einzurichten.

## 30 Jahre Debye-Scherrer-Methode

*Vom physikalischen Experiment zum allgemeinen Hilfsmittel der naturwissenschaftlichen Forschung und materialtechnischen Prüfung*

PROF. DR. E. BRANDENBERGER

Bereits in ihrer ersten Arbeit vom Jahre 1912 berichten die Entdecker der Beugung der Röntgenstrahlen an Kristallen, *M. von Laue*, *W. Friedrich* und *P. Knipping* von einem Versuch, derartige Interferenz-Erscheinungen nicht nur an größeren Kristallstücken, sondern auch an fein gepulverten Kristallen zu erzeugen, dazu allerdings bemerkend, daß an einem solchen Pulver keine Beugung des Röntgenlichts festzustellen sei. Erst drei Jahre später

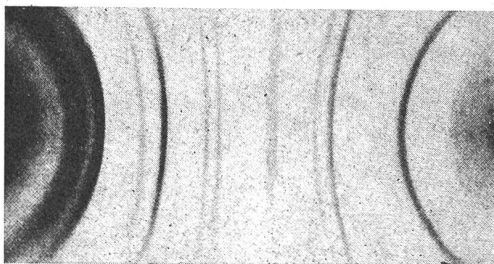
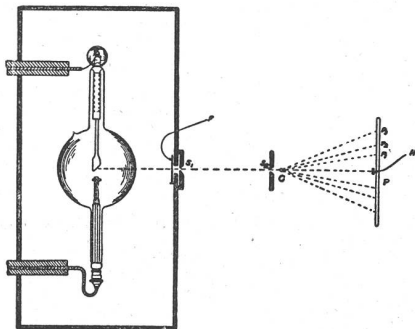


Bild 1: Eine der Pulver-Aufnahmen aus der ersten Veröffentlichung von Debye und Scherrer über Röntgeninterferenzen an regellos orientierten Teilchen (Lithiumfluorid). Allgemein zeigt die Pulver-Aufnahme ein System von Schwärzungslinien, deren Lage durch die Größe der Masche des den einfallenden Röntgenstrahl beugenden Kristallgitters bestimmt wird, während die Intensität der verschiedenen Linien von der Anordnung der Atome innerhalb der einzelnen Gittermasche abhängt (aus dem 1916 erschienen Band 17 der *Physikalischen Zeitschrift*).

haben *P. Debye* und *P. Scherrer* das an feinkristal- linem Material auftretende Beugungsphänomen gefunden und zwar bemerkenswerterweise bei Untersuchungen, welche im Grunde ein anderes Ziel verfolgten, nämlich der Absicht entsprungen, aus der Streuung der Röntgenstrahlen an Materie Rückschlüsse auf die Anordnung der Elektronen in den Atomen zu ziehen. In ihrer ersten ausführlicheren Veröffentlichung vom Mai 1916, illustriert mit Pulver- aufnahmen an Lithiumfluorid, Silizium und Graphit (Bild 1), heben sie bereits hervor, daß ein Stoff auch dann Beugungslinien von einer derart ausgezeichneten Schärfe liefern kann, wenn er äußerlich und ebenfalls unter dem Mikroskop keinerlei Anzeichen einer kristallinen Struktur aufweist und «sogar in der Chemie als amorph gilt.» Unabhängig von Debye und Scherrer legte im Oktober 1916 *A. W. Hull* an einer Sitzung der Amerikanischen Physikalischen Gesellschaft eine Mitteilung vor, wonach er Röntgeninterferenzen nicht nur an einzelnen Eisen-Kristallen, sondern ebenso an sehr feinem Eisenpulver feststellen konnte, und ließ dieser ersten Anzeige Ende 1917 seine größere Arbeit «A new Method of X-ray Crystal Analysis» folgen mit Aufnahmen an Aluminium, Eisen, Silizium, Magnesium und Graphit (Bild 2).

Gleichzeitig mit der Bekanntgabe ihrer experimentellen Beobachtungen haben Debye und Scherrer

Bild 2: Die von Hull zu seinen ersten Untersuchungen der Röntgeninterferenzen an Pulvern benützte Versuchsanordnung: links die Röntgenröhre, F ein vorgeschaltetes Filter, um möglichst einwellige (monochromatische) Röntgenstrahlung zu erzielen;  $S_1$  und  $S_2$  Blenden zur Erzeugung eines feinen Strahlenbündels, welches auf das Pulver-Präparat C gerichtet wird; P die photographische Platte zur Aufnahme der am Pulver C sich ergebenden Interferenzstrahlenkegel  $p_1, p_2, p_3, \dots$  und H ein Bleistück zur Ausblendung des direkten Röntgenstrahls (aus dem 1917 erschienenen Band 10 der Zeitschrift «The Physical Review»).



wie Hull die endgültige Deutung ihrer Befunde gegeben und zudem den Weg gewiesen, wie sich aus solchen «Pulver-Interferenzen» die Anordnung der Atome in den Kristallen des fraglichen Pulvers ermitteln läßt. Damit aber war die bereits zuvor von M. von Laue, W. H. und W. L. Bragg am Einkristall entwickelte Methode, aus den Röntgeninterferenzen der Kristalle ihre Feinstruktur (also die besondere Art der ihnen zugrunde liegenden Atomgitter) zu bestimmen, auch der Anwendung auf feinstkristalline Stoffe zugänglich geworden. In der Tat sind die auf den Pulver-Diagrammen wahrnehmbaren Schwärzungslinien nichts anders als eine Abbildung der Kegel von Interferenzstrahlen, wie sie sich aus der Beugung des einfallenden (monochromatischen) Röntgenstrahls an einer großen Zahl von Kristallen des Pulvers ergeben, wobei eine solche Pulver-Aufnahme in *einem* die sämtlichen, mit der Wellenlänge des verwendeten Röntgenlichts an dem betreffenden Kristallgitter überhaupt möglichen Interferenzen enthält.

Unmittelbar an die Entdeckung der «Pulver-Interferenzen» fand das auf ihnen beruhende, neue Verfahren der röntgenographischen Feinstrukturuntersuchung nicht allein allgemein im physikalischen, sondern gleichfalls im mineralogischen und chemischen Laboratorium Eingang, und wurde auch sehr bald dessen eminente Bedeutung als Hilfsmittel bei materialtechnischen Untersuchungen aller Art, zunächst vor allem auf dem Gebiet der metallischen Werkstoffe und der Faserstoffe, erkannt. Die Technik der Debye-Scherrer-Methode erfuhr ihrerseits Hand in Hand mit solch vielseitigem Einsatz eine ständige Verbesserung: so wurden Formen derselben entwickelt, welche die Aufnahme der Röntgeninterferenzen an vielkristallinem Material ohne jeden zerstörenden Eingriff an einem Objekt gestatten,

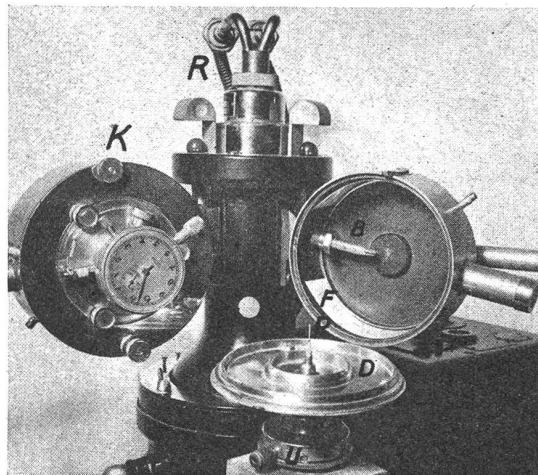


Bild 3: Neuzzeitliche Form des Pulver-Verfahrens: Vor der senkrecht stehenden, hinreichend strahlengeschützten Röntgenröhre R befinden sich zwei zylinderförmige Aufnahmekammern. Links die Kammer K zur Aufnahme bereit, rechts eine Aufnahmekammer mit abgenommenem Deckel, so daß die im Innern derselben angebrachte Blende B und der gleichfalls zylindrische Filmstreifen F sichtbar sind. Am Deckel D ist das stäbchenförmige Präparat P und das Uhrwerk U zur Drehung des Präparats während der Aufnahme zu erkennen. Belichtungszeiten von Pulverdiagrammen betragen im allgemeinen einige Minuten bis einige Stunden, je nach der Leistungsfähigkeit der Röntgenröhre, der gewählten Strahlung und der Art des zu untersuchenden Stoffes. (Aus E. Brandenberger, Röntgenographisch-analytische Chemie, Birkhäuser Basel, 1945.)

wurde an Stelle der Registrierung der Interferenzen mit dem photographischen Film die noch empfindlichere mit dem Zählrohr erprobt, außerdem das Verfahren dahin ausgebaut, daß es auch Untersuchungen bei hohen und tiefen Temperaturen, unter hohen Drucken oder umgekehrt im Vakuum erlaubte. Darüber hinaus ergab sich je länger je mehr, daß an Hand der «Pulver-Interferenzen» eines Stoffes noch zahlreiche weitere Aussagen über dessen speziellen Aufbau möglich sind als die beiden zunächst hervorgehobenen, der Nachweis der kristallinen Natur und die Bestimmung von Kristallstrukturen: So

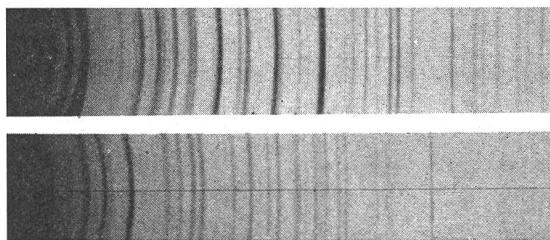


Bild 4: Pulver-Diagramme an zwei Formen von  $\text{SiO}_2$ : oben von Quarz, unten von Cristobalit. Jede Verbindung hat ihr eigenes, für sie charakteristisches System von Röntgeninterferenzen. Bestehen von ein und derselben Verbindung mehrere sogenannte Modifikationen, wie es sehr häufig der Fall ist, so zeigen diese gleichfalls verschiedene Pulver-Diagramme. An Hand der Pulver-Aufnahmen läßt sich somit nicht nur angeben, welche Verbindung, sondern darüber hinaus, in welcher ihrer verschiedenen Modifikationen die betreffende Verbindung auftritt.

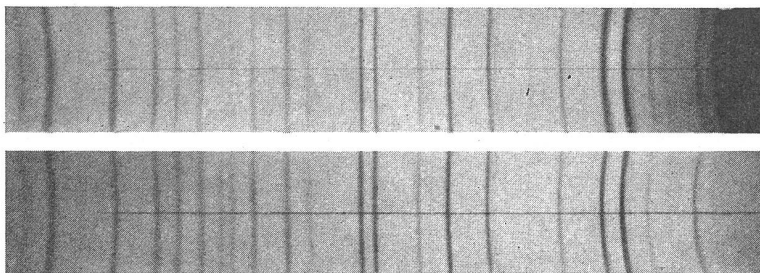


Bild 5: Pulver-Aufnahme an einem Gemenge aus zwei verschiedenen Kristallarten (oben), darunter die Aufnahme an reinem Eisenoxyd  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Sämtliche Linien des untern Diagramms sind im obern enthalten, woraus folgt, daß in dem fraglichen Gemenge als wesentlicher Bestandteil Eisenoxyd vorhanden ist.

kann auf diesem Wege auch eine Kennzeichnung der Kristalle hinsichtlich ihrer Größe und Form, ihrer Güte und Anordnung im Verband des Kristallhaufwerks erfolgen und zwar selbst dann, wenn die einzelnen Kristallindividuen submikroskopisch klein, also einer Untersuchung im Mikroskop und häufig auch einer solchen mit dem Übermikroskop nicht mehr zugänglich sind. Sodann gelingt es, mit dem Röntgendiagramm eines Pulvers aus mehrerer Kristallarten die verschiedenen Bestandteile eines solchen Gemenges zu bestimmen, das Auftreten neuartiger chemischer Verbindungen nachzuweisen, eine Bildung von Mischkristallen festzustellen und dazu diese in bezug auf ihre spezielle Bauweise und Zusammensetzung näher zu charakterisieren.

Zusammen mit seiner Eigenart, an die Qualität der Kristalle (speziell an ihrer Größe) recht geringe Anforderungen zu stellen, hätte allein schon diese auffallende Vielseitigkeit dem Pulver-Verfahren eine ausgezeichnete Stellung unter den verschiedenen Methoden der röntgenographischen Feinstrukturuntersuchung verschafft. Daß die Debye-Scherrer-Methode indessen mehr und mehr zu einem *universellen Untersuchungsverfahren* wurde, das heute im Gesamtbereich der Naturwissenschaften, nicht weniger aber auch im Rahmen der medizinischen Forschung und der materialtechnischen Prüfung laufend zur Anwendung gelangt, beruht auf einer Reihe *fundamentaler Erkenntnisse*, welche sich eben aus Untersuchungen mit der Debye-Scherrer-Methode ergeben haben:

So einmal auf der Feststellung, daß *feste Stoffe*, organische und anorganische, in weit überwiegender Zahl *kristallinen* Charakter besitzen und dabei bevorzugt Haufwerke mikroskopisch kleiner oder sehr häufig noch kleinerer Kristalle darstellen, während eigentlich amorph-feste Zustände auf einige wenige Stoffgruppen beschränkt erscheinen.

Des weitern auf der Tatsache, daß insbesondere Elemente und einfach zusammengesetzte, chemische Verbindungen nur recht selten in größern Kristallen herstellbar sind, umgekehrt aber gerade die an ihnen durch das Pulver-Verfahren möglich gewordenen Strukturbestimmungen die Grundgesetze der *Kristallchemie* erforschen ließen. Erst deren Kenntnis, vor allem den Arbeiten von *P. Niggli*, *V. M. Goldschmidt* und *L. Pauling* zu verdanken, schuf indessen

jene Grundlagen einer *allgemeinen Stereochemie*, welche heute die Konstitution der sämtlichen chemischen Verbindungen unter einheitlichen Gesichtspunkten betrachten läßt.

Und endlich zeigten in erster Linie Untersuchungen nach dem Debye-Scherrer-Verfahren, daß in festen Körpern und zwischen festen Stoffen mannigfache *Umwandlungsvorgänge* und chemische *Reaktionen* ohne jede Mitwirkung flüssiger oder gasförmiger Medien möglich sind, so daß die frühere Vorstellung von der Unwandelbarkeit der festen Stoffe endgültig aufzugeben war.

Bei alledem darf nicht übersehen werden, daß in *einer* Beziehung sich trotz vieler Bemühungen eine entschiedene Beschränkung in der Anwendbarkeit des Pulver-Verfahrens ergeben hat: darin nämlich, daß es zwar gelingt, aus Pulverdiagrammen die Struktur hochsymmetrischer Kristallarten zu ermitteln, diese indessen zu einer Bestimmung niedrigsymmetrischer Kristallstrukturen nicht ausreichen, so daß hierzu nach wie vor röntgenographische Untersuchungen an Einkristallen erforderlich sind (eine Tatsache, welche insbesondere für die Analyse der Kristallstruktur organischer Verbindungen mit ihrer allgemein geringeren Symmetrie von Bedeutung ist).

Laboratorium für technische Röntgenographie und Feinstrukturuntersuchung an der E. M. P. A. und am Mineralogischen Institut der E. T. H.

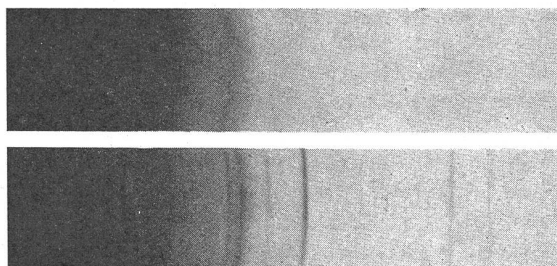


Bild 6: Verschiedene Zustände von Kristallen und ihre Auswirkung auf die Beschaffenheit der Interferenzlinien im Pulver-Diagramm: oben die Aufnahme an sehr fein zerteiltem Kohlenstoff, nur schwache Andeutungen breiter und verwaschener Interferenzlinien zeigend, darunter derselbe Kohlenstoff nach erfolgter Graphitisierung mit nunmehr weit intensivern und schärfern Linien. Die vorgenommene Graphitisierung hat die ursprünglich außerordentlich kleinen Kristallkeime zu größern Kristallen wachsen lassen.