solchen mit $\alpha < 1^\circ$, so ist er bei α nahe an 1 so klein, daß dieses Verfahren zur Beseitigung von Bor praktisch ausscheidet. Deshalb wurde auf chemischem Wege Sili- cium so weit gereinigt, daß spektralanalytisch kein Bor mehr nachzuweisen war. Nach Aufschmelzen im Quarz- ziegel ergab sich ein spez. Widerstand von 10–20 Ohmcm (*p*-Typ). Ist dieser Widerstand durch Bor verursacht, so kann er durch Weiterführen der chemischen Reinigung erhöht werden. Ist er durch andere Störstoffe begrenzt, so verspricht die Zonenreinigung eine weitere Verbesse- rung.

Herrn Prof. Dr. K. Seiler danke ich für Anregung und Rat- schläge, den Herren Dr. D. Geist und Dr. H. Kleinknecht für Diskussionen, Herrn C. Keller für die Ausführung der Spek- tral-Analysen.

⁶ Vgl. W. G. Pfann, J. of Metals 747 [1952].

Auffindung einer Längsperiodizität im Röntgen- Kleinwinkelbild einer jodierten Kunstseide

Von O. Kratky und A. Sekora

(Z. Naturforsch. 9b, 505–506 [1954]; eingeg. am 3. Mai 1954)

Der eine von uns vertritt seit langem¹, im Gegensatz zu R. Hosemann², die Auffassung, daß die Micellen der Cellulose verhältnismäßig einheitlich sind, so daß die Kleinwinkelstreuung eines Cellulosefadens wegen der Dichte der Packung nicht einfach als Partikelstreuung aufgefaßt werden darf, vielmehr die Interferenzeffekte zu berücksichtigen sind. Durch die Untersuchung mit Janeschitz-Kriegl und Porod³ wurde dieser Standpunkt in exakter Weise belegt, nachdem Porod⁴ im Anschluß an die Vorstellungen des einen von uns⁵ über die laminare Struktur des micellaren Systems der Cellulose eine Interferenztheorie des Lamellenpaketes gegeben hatte.

Diese Auffassungen sind in überzeugender Weise durch die äußerst interessante Beobachtung von Her- mans⁶ und Mitarbb. veranschaulicht worden, die ze- gen konnten, daß an bestimmten Spezialfasern im Klein- winkelbild selbst schon Maxima auftreten⁷.

Es liegt nun nahe, zu fragen, ob nicht an manchen Fasern auch eine hohe Regelmäßigkeit in der Faser- Richtung vorhanden ist. Die von dem einen von uns be-

schriebene neue Kleinwinkelkammer⁸ ermöglicht es in sehr einfacher Weise, die Vermessung bis zu Bragg- schen Werten weit über 1000 Å vorzunehmen. Im An- schluß an unsere älteren Untersuchungen haben wir uns in letzter Zeit wieder mit Fasern beschäftigt, in welche Gold bzw. Jod eingelagert wurde. Das Erscheinen der sehr bemerkenswerten und interessanten Arbeit von Hess und Mahl⁹, die im elektronenmikroskopischen Bild entlang der Faserachse einer bestimmten jodierten Kunstseide eine Einlagerung in ziemlich regelmäßigen Abständen von 650–670 Å erkannt hatten, veranlaßt uns, ein vorläufiges Resultat unserer Untersuchungen be- kanntzugeben. Die G-Faser von Du Pont, mit Jodlösung im Sinne eines von Schwertassek¹⁰ gegebenen Re- zeptes behandelt, läßt bei etwa 250 Å eine deutliche In- flexion erkennen (Abb. 1). Auch etwa beim doppelten

Abb. 1. Photometerkurve des Röntgen-Kleinwinkelbildes einer jodierten G-Faser (Du Pont). Faserrichtung normal zur Spaltlänge. Die auftretenden Interferenzeffekte beziehen sich also auf die Längsrichtung des Objektes. Auf der Abszisse sind die Braggschen Werte aufgetragen.

Winkel, also dem halben Abstand entsprechend, ist noch eine merkliche Erhebung im Untergrund festzustellen. Die Aufnahmen wurden in der neuen Kleinwinkelkam- mer in der Weise hergestellt, daß ein breites Faserbün- del normal zur Längsrichtung des spaltförmigen Primär- strahls justiert war.

Die innere Inflexion ist auf dem Röntgen-Kleinwinkel- bild auch visuell gut lokalisierbar. Sie wirkt bei direkter Betrachtung noch viel überzeugender als auf der Photo-

¹ O. Kratky, Naturwissenschaften 26, 34 [1938]; 30, 542 [1942]; O. Kratky, A. Sekora u. R. Treer, Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 48, 587 [1942].

² R. Hosemann, Z. Physik. 113, 751 [1939]; 114, 133 [1939]; Ergebn. exakt. Naturwiss. 24, 142 [1951].

³ H. Janeschitz-Kriegl, O. Kratky u. G. Porod, Z. Elektrochem., Ber. Bunsenges. physik. Chem. 56, 146 [1952].

⁴ G. Porod, Z. Naturforsch. 4a, 401 [1949].

⁵ A. Burgeni u. O. Kratky, Z. physik. Chem. Abt. B 4, 401 [1929]; B. Baule, O. Kratky u. R. Treer, Z. physik. Chem., Abt. B 50, 255 [1941]; O. Kratky u. H. Mark, Z. physik. Chem., Abt. B 36, 129 [1937].

⁶ D. Heikens, P. H. Hermans, P. F. van Velde u. A. Weidinger, J. Polymer. Sci. 9, 433 [1953]; D. Heikens, P. H. Hermans u. A. Weidinger, Nature [London] 170, 369 [1952]; vgl. auch ähnliche Be- obachtungen von A. N. J. Heyn, Nature [London] 172, 1000 [1953]; Textile Res. J. 23, 782 [1953].

⁷ Wohingegen bei gewöhnlichen Fasern kein Maximum auftritt, dieses aber, wie wir mit allem Nachdruck immer wieder betont haben³, in Erscheinung tritt sowie man den Lorentzfaktor der Lamellenfläche eliminiert. Wenn man also sagen kann, daß normalerweise das Maximum des von der Gleichmäßigkeit der Micelldicke herrühren- den Gitterfaktors durch den überlagerten Lorentzfaktor zum Verschwinden gebracht wird, so ist bei den erwähn- ten Spezialfasern zufolge ihrer besonders hohen Gleich- mäßigkeit das Maximum des „Gitterfaktors“ des Lamel- lenpaketes so scharf, daß es durch die Überlagerung mit dem Lorentzfaktor nicht mehr zum Verschwinden kommt.

⁸ O. Kratky, Z. Elektrochem., Ber. Bunsenges. phy- sik. Chem. 58, 49 [1954].

⁹ K. Hess u. H. Mahl, Naturwissenschaften 41, 86 [1954].

¹⁰ K. Schwertassek, Faserforsch. u. Textiltechn. 3, 871 [1952].

meterkurve, weil sie sich auf den ganzen von Fasern abgedeckten Bereich des Bildes erstreckt und daher sicher gestellt ist, daß der Effekt nicht von zufälligen Wirkungen der Körnigkeit des Films herrühren kann.

Es ist kein Zweifel, daß sich in diesem Befund eine Längsperiodizität ausdrückt, so daß also, auch nach dem Röntgenergebnis, die besondere Gleichmäßigkeit des Aufbaues bestimmter Fasern nicht nur in bezug auf die Dicke der Partikel, sondern auch in bezug auf die Länge vorhanden ist.

Eine quantitative Übereinstimmung mit dem Befund von Hess und Mahl braucht keineswegs erwartet zu werden, schon deshalb nicht, weil es sich um verschiedene Objekte handelt. Außerdem muß nicht jede im Röntgenbild wahrnehmbare Periodizität in der elektronenmikroskopischen Abbildung in Erscheinung treten und umgekehrt.

Es wäre verfrüht, derzeit eine noch genauere Deutung geben zu wollen. Die Versuche werden fortgesetzt.

Fehlerverminderung bei spektrochemischen Analysen durch Einführung eines Gewichtes für das Bezugselement

Von Gottfried Holdt,
M. P. I. für Metallforschung, Stuttgart,
und Harald Schäfer,

Anorg.-chem. Institut der Universität Münster i. W.
(Z. Naturforsch. **9b**, 506 [1954]; eingeg. am 24. Mai 1954)

Bei der quantitativen Spektralanalyse bezieht man die Intensität I einer Linie des zu bestimmenden Elements z auf diejenige einer Linie des Bezugselements b . Gebildet wird die Größe

$$\log \frac{I_z}{I_b} \equiv \Delta Y = Y_z - Y_b,$$

die mit der Konzentration c des zu bestimmenden Elements durch die Gleichung der Eichgeraden $\log c = A \cdot \Delta Y + B$ verbunden ist, wenn das Konzentrations-Intervall hinreichend klein gewählt wird.

Wir konnten bei Analysen von Niob(V)-oxyd-Proben im Gleichstrom-Dauerbogen dadurch eine bedeutende Herabsetzung des Analysenfehlers erzielen, daß dem Y -Wert des Bezugselements ein empirisch gewonnenes Gewicht zuerteilt wurde¹:

$$\Delta Y_w = Y_z - w \cdot Y_b$$

Zur Ermittlung des optimalen Wertes von w wurden bei Variation von w die zugehörigen mittleren Gehaltsfehler der Einzelmessung $m(c)/c$ bestimmt. Nimmt man für die Eichgerade die Neigung eins an, so besteht der Zusammenhang

$$m(c)/c = 2,3 \cdot m(\Delta Y) \cdot 100 [\%].$$

Die Abbildung zeigt dieses Vorgehen bei der Zinn-Bestimmung in Nb_2O_5 -Proben für zugemischtes Blei (PbO) als Bezugselement. Wie ersichtlich, geht $m(c)/c$ bei

¹ G. Holdt, Dissertation, Stuttgart 1953. Hier findet sich auch Näheres über die verwendeten Geräte und Spektralplatten.

Abb. 1. Die Abhängigkeit des mittl. rel. Gehaltsfehlers $m(c)/c$ vom Gewicht w des Bezugselements ($n = 32$). 1% SnO_2 in Nb_2O_5 . Verdampfung aus der Kohlekathode Sn 2863,3 gegen Pb 2873,3.

$w = 0,55$ durch ein Minimum. Mit diesem Gewicht beträgt der mittlere Fehler der Gehaltsbestimmung (gewonnen aus 32 Aufnahmen) 8%, während die bisher übliche Methode ($w = 1$) einen Fehler von 21% und die sog. Übersichtstabelle² ($w = 0$) einen Fehler von 25% ergibt.

Eine ähnliche Genauigkeitserhöhung durch Einführung eines Gewichtes wurde bisher bei der Analyse von Oxyd-Gemischen im Gleichstrom-Dauerbogen (zu bestimmendes Element/Bezugselement: Sn/Nb; Hf/Zr) und bei der Messinganalyse (Zn/Cu) im mechanischen Abreißbogen gefunden. Sie trat dagegen nicht auf bei der Verdampfung von Messing (Zn/Cu) in einem „Controlled Arc Circuit“ nach Price³ und fehlte ebenfalls bei der Verdampfung im kondensierten Funken (Mg/Al; Fe/Ni). Die Verdampfungsart spielt also eine entscheidende Rolle.

Die Fehlerverminderung durch Einführung von w läßt sich thermochemisch mit der unterschiedlichen Verdampfungswärme von Analysen- und Bezugselement begründen, wenn man annimmt, daß der so erfaßte Fehleranteil durch Schwankung der Verdampfungstemperatur verursacht wird.

Weitere Untersuchungen sind im Gange.

² G. Balz, Z. angew. Chem. **51**, 365 [1938].

³ W. J. Price, Spectrochim. Acta **6**, 29 [1953].

Zur Beeinflussung der Gewebeatmung durch Röntgenstrahlen

Von K. Aurand und H. Pauly

Max-Planck-Institut für Biophysik, Frankfurt a. M.
(Z. Naturforsch. **9b**, 506–507 [1954]; eingeg. am 12. März 1954)

Rajewsky und Mitarbb.^{1,2} teilten kürzlich mit, daß es ihnen gelungen ist, Mäuse durch eine einmalige

¹ B. Rajewsky, O. Heuse u. K. Aurand, Z. Naturforsch. **8b**, 157 [1953].

² B. Rajewsky, K. Aurand u. O. Heuse, Z. Naturforsch. **8b**, 524 [1953].