

ziell gemessen werden kann, ist gegeben durch die endliche Laufzeit der  $\alpha$ -Teilchen auf der Meßstrecke und beträgt für Po- $\alpha$ -Teilchen etwa  $5 \cdot 10^{-9}$  sec.

Es wurde eine derartige Anordnung gebaut und erprobt. Als Luminophor wurde ein ZnS-Leuchtschirm verwendet. Damit der Zeitpunkt der Ankunft des  $\alpha$ -Teilchens experimentell möglichst genau definiert ist, muß das Verhältnis Ausbeute/Abklingdauer des Luminophors möglichst groß sein. In dieser Hinsicht ist ZnS am günstigsten. Um zu verhindern, daß Licht vom Leuchtschirm auf die Photokathode 1 gelangt, wurde der Leuchtschirm mit einem Kollodiumhäutchen überzogen, das mit Al bedampft wurde.

Bei ersten Versuchen wurden die von den beiden Photokathoden aufgenommenen Szintillationen auf einem Zweistrahloszillographen visuell beobachtet. Als Gasfüllung wurde  $N_2$  und ein Gemisch von

$Ar + 8\% N_2$  bei 100 Torr verwendet. Nach den Ausbeutemessungen ist unter diesen Bedingungen eine Abklingzeit von etwa  $3 \cdot 10^{-9}$  sec. bzw.  $10^{-8}$  sec zu erwarten. Die Auflösungszeit des elektrischen Teils dieser ersten Anordnung betrug nur  $10^{-7}$  sec; dementsprechend wurde kein merklicher Zeitunterschied zwischen dem Durchgang des  $\alpha$ -Teilchens und dem Gasleuchten beobachtet. Dies schließt allerdings nicht aus, daß ein kleiner Teil der Strahlungsleistung mit größerer Abklingzeit als  $10^{-7}$  sec abgestrahlt wird, da ein solcher bei visueller Beobachtung im Nulleffekt verschwindet.

Der Firma Osram und der BASF danken wir für die Überlassung gereinigter Gase.

Die Deutsche Forschungsgemeinschaft hat durch Gewährung von Sachmitteln die Arbeit in dankenswerter Weise unterstützt.

## Elektronenstrahl-Interferenzen an Einkristallen

Von H. RICHTER und H. KNÖDLER

Aus dem Röntgeninstitut der Technischen Hochschule Stuttgart und dem Institut für Metallforschung, Stuttgart

(Z. Naturforschg. 9a, 147—164 [1954]; eingegangen am 4. September 1953)

Durch Elektrolyse sowie durch Abätzen und kurzzeitiges Aufschmelzen von Metallfolien wurden brauchbare Einkristalle für die Untersuchung mittels Elektronenstrahlen hergestellt. Es wird ein vom Gittertypus unabhängiges Verfahren angegeben, um Beugungsbilder mit Punkt-Interferenzen auszuwerten. Hierbei ergab sich, daß die beobachteten Reflexe Einkristalle mit Raumgitterstruktur zuzuordnen sind; Punkt-Interferenzen an einer einzelnen Netzebene wurden nicht erhalten. Weiter wird gezeigt, daß die mittels der Gleichungen für das Flächengitter umgezeichneten Punkt-Diagramme bezüglich ihrer Entstehung als Projektionsvorgang im Atomgitter aufgefaßt werden können. Abschließend werden die an einem Haufwerk gleichartiger Flächengitter (Flächengitterpulver) und an gerichteten Kohlenwasserstoffen erhaltenen Beugungsdiagramme diskutiert.

Im Rahmen einer umfangreichen Untersuchung\* über den Aufbau dünner Schichten mittels Elektronenstrahlen wurden mitunter Punkt-Interferenzen an Einkristallen<sup>1</sup> erhalten. Die hier wiedergegebenen Beugungsdiagramme<sup>2</sup> zeichnen sich durch die Schärfe ihrer punktförmigen Reflexe aus. Es hat ganz den Anschein, als ob es sich dabei um einzelne Einkristalle mit Mosaikstruktur handelt und nicht

um ein bloßes geordnetes Kristallhaufwerk, das man sich durch die gleichartige Orientierung sehr vieler kleiner Kristallchen aufgebaut zu denken hat.

In diesem Zusammenhange werden auch die Beugungsdiagramme einer Reihe von geätzten Metallfolien besprochen, die sich durch das Auftreten von nur wenigen Debye-Scherrer-Ringen auszeichnen.

\* l. c.<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> Vgl. auch: W. L. Bragg u. F. Kirchner, Nature [London] **127**, 738 [1931]; G. P. Thomson, Proc. Roy. Soc. [London], Ser. A **133**, 1 [1931]; J. J. Trillat u. Th. v. Hirsch, Z. Physik **75**, 784 [1932]; F. Kirchner u. H. Raether, Physik. Z. **33**, 510 [1932]; H. Raether, Z. Physik **78**, 527 [1932]; F. Kirchner, Ann. Physik **13**, 38 [1932]; Ergebn. exakt. Naturwiss.

Bd. XI [1932]; H. Lassen, Physik Z. **35**, 172 [1934]; L. Brück, Ann. Physik **26**, 233 [1936]; O. Rüdiger, Ann. Physik **30**, 505 [1937]; E. Fues, Handb. d. Exp.-Phys., Erg. Bd. II, Akad. Verlagsges., Leipzig 1935.

<sup>2</sup> Sämtliche Aufnahmen wurden mit einem Elektronen-Beugungsrohr von Dr. Seemann, Konstanz, gemacht.



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 digitized 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.

### I. Herstellung der Einkristalle

Für die Beugungsversuche mit Elektronenstrahlen benötigt man Einkristalle mit einer Dicke  $D \approx 10^{-6}$  cm. Solche Einkristalle erhält man durch:

1. Wachstumsvorgänge aus der Schmelze, der Elektrolyse, der Dampfphase oder der Rekristallisation und
2. mechanische Kaltverformung.

Die Verformung der Metallkristalle wird in der Regel durch Zieh- und Walzprozesse erreicht.

Ein großer Teil der durchstrahlten Al-Folien wurde durch Abätzen einer Al-Walzfolie von  $\approx 10^{-3}$  cm Dicke in NaOH oder KOH hergestellt. Die auf die notwendige Dicke abgeätzten Folien wurden in destilliertem Wasser ausgewaschen und auf einem Al- oder Cu-Träger aufgefangen. Bei diesen Ätzprozessen ist es vorteilhaft, die eine Seite der Al-Folie zunächst mit Kollodium oder Schellack vor der ätzenden Wirkung des Lösungsmittels zu schützen. Hierbei wurden trotz der geringen Schichtdicke recht stabile Metallhäutchen erhalten; bei äußerst dünnen Schichten empfiehlt es sich, auf dem Träger vor dem Auffangen der Folie einen Kollodium-Film als feste Unterlage aufzubringen. Auf diese Weise wird verhindert, daß die sehr dünne Metallschicht infolge der Oberflächenspannung des vorerst noch anhaftenden Wassers zerreißt. Durch Auswalzen von Metallblechen und nachfolgendes Abätzen wurden dünne Schichten mit Einkristallen von Al, Pb, Sn, In, Cd, Zn und Mg erhalten. Die geätzten Folien von Cu, Ni, Fe, Cd, Zn und Mg lieferten z. Tl. daneben das Beugungs-Diagramm der  $\alpha$ -Form der  $C_6$ -Struktur des betreffenden Metallhydroxydes<sup>3</sup>  $[Me(OH)_2]$ .

Beim Lagern der dünnen Metallfolien erhält man meist keine brauchbaren Einkristalle, wohl aber beim Tempern der Schichten. Die Grenze für die Wärmebehandlung der Folien ist im allgemeinen durch ihre Schmelztemperatur gegeben. Die günstigste Glühtemperatur für Al-Folien liegt bei etwa 600 bis  $650^\circ C$ , also sehr nahe dem Schmelzpunkte von Al ( $T_s = 658^\circ C$ ). Ein kurzzeitiges Überschreiten der Schmelztemperatur auf  $T \approx 700^\circ C$  (lokales Aufschmelzen während 1 bis 2 Min.) mit nachfolgendem raschem Abkühlen der Al-Folie hat sich für die Bildung von Einkristallen als recht zweckmäßig erwiesen. Wird bei diesen Glühversuchen Cu als Trägermaterial verwendet, dann entstehen durch Diffusion sehr häufig CuAl<sub>2</sub>-Einkristalle.

Nach diesem Aufschmelzverfahren wurden u. a. brauchbare Einkristalle von Pb, Sn und Bi hergestellt. Hier wurden die Aufdampfschichten unmittelbar im Beugungsrohr aufgeschmolzen, so daß z. B. bei Bi anfangs seine vielkristalline Struktur, nach dem Aufschmelzen seine flüssige Phase<sup>4</sup> und beim Abkühlen auf Zimmertemperatur die Bildung von Bi-Einkristal-

len beobachtet werden konnte. Ähnlich zeigte aufgedampftes As zunächst die amorphe Struktur, bei zu starker Bestrahlung mit Elektronen dagegen die Bildung von As-Einkristallen<sup>5</sup>.

Im weiteren wurde die (Sn—Bi)-Legierung mit eutektischer Zusammensetzung (Sn = 42 Gew.% und Bi = 58 Gew.% mit  $T_s = 139^\circ C$ ) als dünne Schicht auf Steinsalz aufgedampft, über Wasser abgelöst, im Beugungsrohr aufgeschmolzen und kurzzeitig auf  $T = 150^\circ C$  erhitzt. Im geschmolzenen Zustand konnten lediglich die Flüssigkeitsringe der Legierung, im wieder erstarnten dagegen z. Tl. recht scharfe Einkristallreflexe von Bi neben einer Reihe von Debye-Scherrer-Ringen beobachtet werden.

Auf dem Wege der Elektrolyse wurden Einkristalle von Ni und Cu hergestellt. So wurde aus einer  $NiSO_4$ -Lösung Ni auf einer dünnen Zn-Folie elektrolytisch niedergeschlagen, die Zn-Schicht mittels HCl weggelöst und die zurückbleibende Ni-Folie mit  $NH_4OH$  und  $H_2O_2$  oder  $HNO_3$  zu einer dünnen Schicht abgeätzt. Die so erhaltenen Ni-Schichten zeigten eine weitgehende Einkristallstruktur. Cu-Einkristalle erhielt man durch Elektrolyse einer  $CuSO_4$ -Lösung. Als Kathode diente ein  $\alpha$ -Fe-Blech. Das abgeschiedene Cu wurde meistens mechanisch entfernt und mittels  $NH_4OH$  und  $H_2O_2$  oder  $HNO_3$  auf die gewünschte Schichtdicke abgeätzt.

### II. Reziprokes Gitter

Das Zustandekommen der Interferenzen von Röntgen- und Elektronenstrahlen kann man sich durch Spiegelung an den Netzebenen erklären. Rückschlüsse aus dem Interferenz-Diagramm werden daher in erster Linie die Netzebenen betreffen. Es ist somit erwünscht, eine möglichst rasche Übersicht über die Lage der Netzebenen zu gewinnen. Hierzu ist geeignet das „reziproke Gitter“, das Gegenstück zum Atomgitter.

Einer parallelepipedischen Gitterzelle mit den Vektoren  $a_i$  ist ein gleichsinnig orientiertes reziprokes Gitter mit den Vektoren  $b_k$  durch die skalaren Gleichungen

$$(a_i, b_k) = \delta_{ik} \text{ mit } \begin{aligned} \delta_{ik} &= 0 \text{ für } i \neq k, \\ \delta_{ik} &= 1 \text{ für } i = k = 1, 2, 3 \dots \end{aligned} \quad (1)$$

zugeordnet.

#### 1. Raumgitter

Für das Raumgitter ist  $i, k = 1, 2, 3$ . Aus den Definitionsgln. (1) folgt:

$$b_1 = \frac{[a_2 a_3]}{a_1 [a_2 a_3]}, \quad b_2 = \frac{[a_3 a_1]}{a_2 [a_3 a_1]}, \quad b_3 = \frac{[a_1 a_2]}{a_3 [a_1 a_2]}. \quad (2)$$

<sup>5</sup> S. Geiling u. H. Richter, Acta crystallogr. [Copenhagen] **2**, 305 [1949].

<sup>3</sup> H. Richter, Physik. Z. **44**, 456 [1943].

<sup>4</sup> H. Richter, Physik. Z. **44**, 406 [1943].

Die skalaren Faktoren im Nenner stellen das Volumen  $V_{a_i}$  der Gitterzelle dar. Ganz analog lauten die Gleichungen für die Vektoren  $\alpha_i$  [vgl. Gl. (1)].

Zwischen den Kantenlängen und Kantenwinkeln des Atomgitters ( $a_1, a_2, a_3; \alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ ) und des reziproken Gitters ( $b_1, b_2, b_3; \beta_1, \beta_2, \beta_3$ ) bestehen die Gleichungen

$$b_1 = \frac{a_2 a_3 \sin \alpha_1}{V_{a_i}}, \quad \cos \beta_1 = \frac{\cos \alpha_2 \cos \alpha_3 - \cos \alpha_1}{\sin \alpha_2 \sin \alpha_3}, \quad (3a)$$

$$b_2 = \frac{a_3 a_1 \sin \alpha_2}{V_{a_i}}, \quad \cos \beta_2 = \frac{\cos \alpha_3 \cos \alpha_1 - \cos \alpha_2}{\sin \alpha_3 \sin \alpha_1}, \quad (3b)$$

$$b_3 = \frac{a_1 a_2 \sin \alpha_3}{V_{a_i}}, \quad \cos \beta_3 = \frac{\cos \alpha_1 \cos \alpha_2 - \cos \alpha_3}{\sin \alpha_1 \sin \alpha_2}. \quad (3c)$$

$$b_1 = \frac{1}{a_1 \sin \alpha_3}, \quad b_2 = \frac{1}{a_2 \sin \alpha_3}, \quad l_3^* = \frac{1}{l_3}. \quad (3'd)$$

Geht man zum Flächengitter über, läßt also  $|l_3|$  gegen Null gehen, so wird

$$\lim_{l_3 \rightarrow 0} l_3^* = \infty.$$

Weiter ist nach den Gln. (3b)

$$\cos \beta_1 = 0, \quad \cos \beta_2 = 0, \quad \cos \beta_3 = -\cos \alpha_3, \quad \beta_1 = 90^\circ, \quad \beta_2 = 90^\circ, \quad \beta_3 = 180^\circ - \alpha_3; \quad (3'e)$$

d. h. das reziproke Gitter eines Flächengitters ist ein zur betrachteten ( $b_1, b_2$ )-Ebene senkrecht System von parallelen und äquidistanten Gitterstäben.

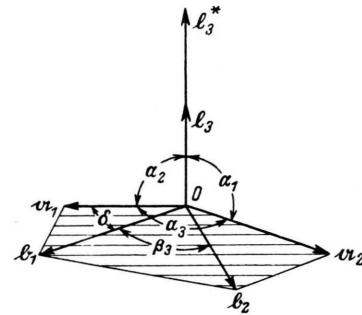


Abb. 1. Orientierung der Grundtranslationen  $\alpha_1, \alpha_2, l_3$  (KG) und  $b_1, b_2, l_3^*$  (RG).

Entsprechend gilt für die  $\alpha_i$  resp.  $\alpha_i$  [vgl. z. B. die Gln. (3c) und (3d)]

$$a_1 = \frac{1}{b_1 \sin \beta_3}, \quad a_2 = \frac{1}{b_2 \sin \beta_3}, \quad l_3 = \frac{1}{l_3^*} \quad (3'c)$$

und

$$\alpha_1 = 90^\circ, \quad \alpha_2 = 90^\circ, \quad \alpha_3 = 180^\circ - \beta_3. \quad (3'd)$$

Die Gln. (3'a, b) und (3'c, d) für das Flächengitter vermitteln wie die entsprechenden Gln. (3a, b) und (3c, d) für das Raumgitter den Übergang vom Atomgitter zu seinem reziproken Gitter und umgekehrt.

### 3. Liniengitter

Für das Liniengitter ( $i, k = 1$ ) mit seinen Gitterpunkten im Abstand  $a$  auf der Geraden  $\alpha$  definiert man ganz analog zwei Vektoren  $l_2$  und  $l_3$ , die in den Gitterpunkten aufeinander und auf  $\alpha$  senkrecht stehen. Im Atomgitter ist

$$|\alpha| = a, \quad |l_2| = l_2, \quad |l_3| = l_3$$

$$\text{und } \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 90^\circ,$$

Aus den Gln. (3a) und (3b) folgt, daß das reziproke Gitter eines Kristallgitters wieder ein Raumgitter ist.

## 2. Flächengitter

Für das Flächengitter ist  $i, k = 1, 2$ . Die Definitionsgln. (1) bzw. (2) sagen aus, daß die Gitterachse  $b_1$  auf der von den beiden fremdindizierten Achsen  $\alpha_2$  und  $\alpha_3$  gebildeten Ebene senkrecht steht; es ist also  $b_1$  entweder parallel oder antiparallel zum Vektorprodukt  $[\alpha_2 \alpha_3]$ .

Definiert man im Atomgitter rein formal einen zu den Translationen  $\alpha_1$  und  $\alpha_2$  senkrechten Vektor  $l_3$  vom Betrage  $l_3$ , so gelten für die reziproken Vektoren  $b_1, b_2, l_3^*$  nach den Gln. (2) die Beziehungen

$$b_1 = \frac{[\alpha_2 l_3]}{\alpha_1 [\alpha_2 l_3]}, \quad b_2 = \frac{[l_3 \alpha_1]}{\alpha_2 [l_3 \alpha_1]}, \quad l_3^* = \frac{[\alpha_1 \alpha_2]}{l_3 [\alpha_1 \alpha_2]}, \quad (4)$$

d. h. die Gittervektoren  $b_1, b_2$  und  $l_3^*$  spannen einen dreidimensionalen Elementarkörper auf. Nach Abb. 1 ist

$$\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ, \quad \alpha_3 = \text{beliebig und } |\delta| = |\alpha_3 - 90^\circ|.$$

Mit  $\cos \delta = \cos(-\delta)$  oder  $\cos \delta = \sin \alpha_3$  gilt nach den Gln. (4) und bei Berücksichtigung der obigen Beziehung zwischen  $\delta$  und  $\alpha_3$  sowie bei  $|l_3^*| = l_3^*$

für die reziproken Vektoren<sup>6</sup>  $b$ ,  $l_2^*$ ,  $l_3^*$  kann man bei  $|l_2^*| = l_2^*$  und  $|l_3^*| = l_3^*$  nach Gl. (3'a) schreiben

$$b = \frac{1}{a}, \quad l_2^* = \frac{1}{l_2} \quad \text{und} \quad l_3^* = \frac{1}{l_3}.$$

Beim Grenzübergang wird

$$\lim_{l_2 \rightarrow 0} l_2^* = \infty \quad \text{und} \quad \lim_{l_3 \rightarrow 0} l_3^* = \infty$$

Für die Winkel im RG folgt nach Gl. (3 b):

$$\beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = 90^\circ.$$

Die Lage der rechtwinkligen Achsen  $l_2$ ,  $l_3$  ist beliebig gewählt; sie kann jede zur  $a$ -Richtung senkrechte Orientierung besitzen. Jede Lage ist gleichberechtigt, und für jede Lage gelangt man zu einem Vektor  $l_2^*$  bzw.  $l_3^*$ , der auf der  $(l_3 a)$ - bzw.  $(a l_2)$ -Ebene senkrecht steht, d. h. die Gesamtheit der Vektoren  $l_2^*$ ,  $l_3^*$  belegt eine zur  $b$ -Richtung senkrechte Ebene. Das reziproke Gitter eines Linien-gitters ist somit eine Parallelschar von äquidistanten Ebenen im Abstande  $b = 1/a$  in Richtung der Gittergeraden  $b$ .

### III. Beugung von Elektronenstrahlen an Einkristallen

Während bei den Untersuchungen mit Röntgenstrahlen Punkt-Interferenzen mit Flächengitter-Charakter nur in Ausnahmefällen<sup>7</sup> beobachtet werden, sind die Bedingungen für ihr Auftreten beim Durchgang von Elektronen<sup>8</sup> durch dünne Einkristallfolien weit günstiger.

#### 1. Interferenzen am Raumgitter

Die Lage der Interferenzen und deren Intensität bei der Beugung an einem parallelepipedischen Kristallstück ist nach der wellenkinematischen Theorie gegeben durch<sup>9</sup>

$$J = J_e G^2 S_e$$

<sup>6</sup> Der Gittervektor  $b$  hat die Richtung von  $a$ .

<sup>7</sup> F. Laves u. W. Nieuwenkamp, Z. Kristallogr., Mineralog. Petrogr., Abt. A **90**, 273 [1935]; F. Laves, ebd., Abt. A **90**, 279 [1935]; W. Nieuwenkamp, ebd., Abt. A **90**, 377 [1935].

<sup>8</sup> Im Gegensatz zu den Beugungsversuchen mit Elektronenstrahlen haben die Versuche mit Molekularstrahlen an Einkristallen immer Flächengitter-Interferenzen der Grenzfläche geliefert.

<sup>9</sup> Hier ist gesetzt  $J_e = \left( \frac{e^2 m \lambda^2}{2 h^2 \sin^2 \theta} \right)^2 \frac{J_0}{R_0^2}$ .

Ferner bedeutet  $S_e = \sum_i (Z_i - f_i R_{tg}) e^{\frac{2 \pi i}{\lambda} (\mathbf{r}_i \cdot \hat{s} - \hat{s}_0)}$

mit

$$G^2 = \frac{\sin^2 M_1 \pi A_1}{\sin^2 \pi A_1} \cdot \frac{\sin^2 M_2 \pi A_2}{\sin^2 \pi A_2} \cdot \frac{\sin^2 M_3 \pi A_3}{\sin^2 \pi A_3} \quad (5)$$

als Gitterfaktor. Diese Funktion besitzt für ausgedehnte Gitterbereiche nur an solchen Stellen, für die alle  $A_i$  gleichzeitig ganzzahlig sind, für die also  $A_i = 0, 1, 2 \dots$  ist, Werte der Größe  $G^2 = \prod_i M_i^2 = N^2$ , wenn  $N$  die Zahl der im Kristall vorhandenen Streuzentren bedeutet.

Bei den hier durchstrahlten, in der  $a_1$  und  $a_2$ -Richtung ausgedehnten, in der  $a_3$ -Richtung (Durchstrahlungsrichtung) dagegen auf Dicken von  $D \approx 10^{-6}$  cm begrenzten Schichten, nimmt die ein-dimensionale Gitterfunktion der Gl. (5)

$$g_3^2 = \frac{\sin^2 M_3 \pi A_3}{\sin^2 \pi A_3} \quad (6)$$

wegen der vorgegebenen Kleinheit der  $M_3$  auch in der Umgebung von  $A_3 = 0, 1, 2 \dots$  wesentlich von Null verschiedene Werte an, also auch dort, wo  $A_3$  etwas von der Ganzzahligkeit abweicht (vgl. Kirchner<sup>1</sup>). So kommt es, daß das nullte Hauptmaximum mitunter den ganzen Beobachtungsbereich ( $2\theta \approx 4^\circ$ ) überdeckt. In diesem Falle läßt sich nach v. Laue<sup>10</sup> für den Gitterfaktor schreiben

$$G^2 = g_{1,2}^2 (A_1, A_2) \frac{\sin^2 M_3 \pi A_3}{\sin^2 \pi A_3}.$$

Die Funktion  $G^2$  hat im Intensitätsintervall von  $g_3^2$  Werte der maximalen Größe  $N^2 = (M_1 M_2)^2 M_3^2$ , und zwar nur an solchen Stellen, für die  $A_1$  und  $A_2$  die Bedingung  $A_i = 0, 1, 2 \dots$  erfüllen; wo also  $g_{1,2}^2 = (M_1 M_2)^2$  ist. So entstehen innerhalb des Intensitätsbereiches von  $g_3^2$  [vgl. Gl. (6)], insbesondere in seinem nullten Hauptmaximum, Punkt-Interferenzen, die früher irrtümlicherweise als Flächengitter-Interferenzen gedeutet wurden.

Wie wirkt sich nun diese Verbreiterung der Interferenzmaxima der Gitterfunktion  $g_3^2$  auf das RG

---

oder  $\mathfrak{S}_e = \sum_i f_{e_i} e^{2\pi i (p_i h_1 + q_i h_2 + r_i h_3)}$

die Strukturamplitude eines zusammengesetzten Gitterbereiches,  $f_{e_i} = Z_i - f_i R_{tg}$  die Atomformamplitude eines Atoms der Ladung  $Z_i$  für Elektronenstrahlen und  $f_i R_{tg}$  die Atomformamplitude für Röntgenstrahlen. Weiter ist  $m$  Elektronenmasse,  $J_0$  Primärstrahlintensität,  $R_0$  Abstand: Streuzentrum → Aufpunkt,  $M_i$  Anzahl der Gitterpunkte auf der  $a_i$ -Achse und  $A_i = \frac{1}{\lambda} (a_i \cdot \hat{s} - \hat{s}_0) = R a_i (\cos \alpha - \cos \alpha_0)$  mit  $R = 1/\lambda$  als Radius der Ewaldschen Ausbreitungskugel und  $\hat{s}_0$  bzw.  $\hat{s}$  als Einheitsvektoren in der Primär- bzw. Streustrahlrichtung.

<sup>10</sup> M. v. Laue, Materiewellen und ihre Interferenzen, Akad. Verlagsges. Becker u. Erler, Leipzig 1944.

aus? Nach der Gleichung  $\lim_{l_3 \rightarrow 0} l_3^* = \infty$  ist der Übergang vom Raumgitter zum Flächengitter nicht sprunghaft, sondern als stetiger Grenzübergang zu denken. Mit Annäherung der Kristalldicke  $D_3 = M_3 a_3$  an Null gehen die Gitterpunkte des RG allmählich in Gitterstäbe mit periodischer Gewichtsverteilung über, um mit  $D_3 = 0$ , gleichmäßig belegt, als unendlich lange Geraden auf der  $(b_1 b_2)$ -Ebene senkrecht zu stehen.

Für sehr dünne Schichten, wie man sie für die Untersuchungen mit Elektronenstrahlen benötigt, artet also jeder Gitterpunkt in der  $b_3$ -Richtung in einen linearen, stachelförmigen Interferenzbereich  $H$  aus, dessen Länge und Gewichtsverteilung von der Dicke  $D_3 = M_3 a_3$  abhängig [vgl. Gl. (9)], also eine reine Gittereigenschaft ist. Wie Abb. 2 zeigt, gelangen bei Vorhandensein linearer Intensitätsbereiche nicht nur die wenigen Gitterpunkte, die unmittelbar auf der Ausbreitungskugel liegen, zur Abbildung, sondern alle die Punkte des RG, deren Intensitätsgebiete von der Ewald-Kugel getroffen werden.

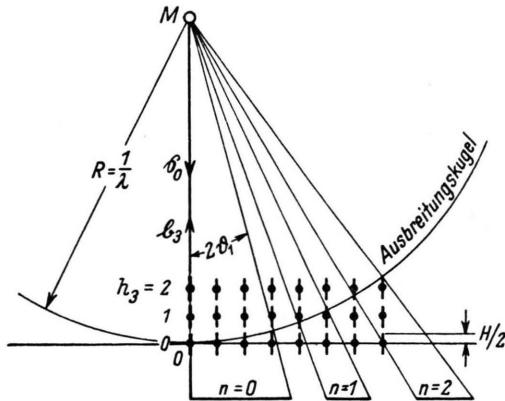


Abb. 2. Ewald-Kugel für ein in der  $a_3$ -Richtung sehr dünnes Einkristallplättchen ( $R = 1/\lambda \gg b_i$ ).

#### a) Größe des Intensitätsbereiches und Ausdehnung des nullten Hauptmaximums

Das  $n$ -te Hauptmaximum<sup>11</sup> der Gitterfunktion  $g_3^2$  ist dort begrenzt, wo  $g_3^2 = \frac{\sin^2 M_3 \pi A_3}{\sin^2 \pi A_3}$  bezüglich des Zählers die  $q = (M_3 n \pm 1)$ -te Nullstelle ( $n = 0, 1, 2, \dots$ ) hat, wo also  $M_3 A_3 = q$  ist. Mit  $A_3 = R(a_3, \vec{s} - \vec{s}_0)$  gilt

$$q = M_3' a_3 R (\cos \alpha_q - \cos \alpha_0). \quad (7)$$

<sup>11</sup> In Abb. 2 bezieht sich die Ordnung  $n$  der Beugung auf die  $a_3$ -Richtung.

Bei Durchstrahlung der Folie in der  $a_3$ -Richtung ist nach Abb. 3

$$\alpha_0 = 180^\circ \text{ und } \alpha_q = (180 - 2\vartheta_q).$$

Mithin wird

$$A_3 = R a_3 (1 - \cos 2\vartheta_q).$$

Gl. (7) nimmt bei Berücksichtigung der Definitionsgln. (1) bzw. (2) die Form an

$$q b_3 = M_3 R (1 - \cos 2\vartheta_q). \quad (8)$$

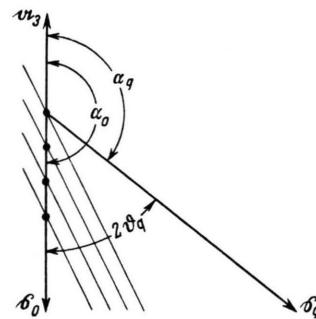


Abb. 3. Braggsche Reflexion nullter und  $q$ -ter Ordnung.

Der Intensitätsbereich besitze die Linearausdehnung  $H$ ; für  $n = 0$ , also  $q = 1$ , ist nach Abb. 2

$$\frac{1}{2} H = R (1 - \cos 2\vartheta_1).$$

Mit Gl. (8) lässt sich für  $H$  schreiben

$$H = 2 \frac{b_3}{M_3} = \frac{2}{M_3 a_3} = \frac{2}{D}. \quad (9)$$

Wie verlangt, wächst der nadelförmige Intensitätsbereich  $H$  mit abnehmender Schichtdicke  $D$ . Bei Beachtung von  $(1 - \cos 2\vartheta_1) \approx 2\vartheta_1^2$ ,  $b_3 = 1/a_3$  und  $R = 1/\lambda$  ergibt sich für die Winkelbreite des nullten Hauptmaximums

$$2\vartheta_1 = \sqrt{\frac{2\lambda}{M_3 a_3}}.$$

Diese Gleichung gilt nach Kirchner<sup>1</sup> nur für Schichtdicken  $D = M_3 a_3 \leq 10^{-6}$  cm; ihre Anwendbarkeit wird nach v. Laue<sup>10</sup> weiter eingeschränkt.

#### b) Punkt-Interferenzen im nullten Hauptmaximum

Das Zustandekommen der punktförmigen Reflexe lässt sich als Projektionsvorgang im RG deuten. In Abb. 4 ist  $\xi_i$  der Gittervektor in der Tangentialebene der Ewald-Kugel vom Nullpunkt 0 zum Gitterpunkt  $P_i$ ,  $\xi_i$  der Vektor zum Schnittpunkt  $S_i$  der Ausbreitungskugel mit dem Intensitätsbereich des Punktes  $P_i$  und die Strecke  $P_i S_i$  ist

mit  $B_i$  bezeichnet. Es gilt, den Abbildungsvektor  $r_i$  in der Filmebene durch den Gittervektor  $\mathfrak{h}_i$  auszudrücken. Nach Abb. 4 ist

$$(R - B_i)^2 + |\mathfrak{h}_i|^2 = R^2 \text{ und } \frac{R - B_i}{|\mathfrak{h}_i|} = \frac{B_i}{\mathcal{A} |\mathfrak{h}_i|}.$$

Daraus folgt

$$\mathcal{A} |\mathfrak{h}_i| = |\mathfrak{h}_i| \left( \frac{R}{(R^2 - |\mathfrak{h}_i|^2)^{1/2}} - 1 \right). \quad (10)$$

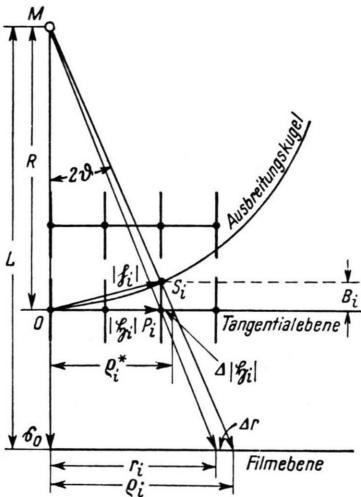


Abb. 4. Zentralprojektion des Gitterpunktes  $P_i$  im RG bzw. seines Intensitätsbereiches von  $M$  auf die Filmebene.

Weiter ist

$$\varrho_i^* = |\mathfrak{h}_i| + \mathcal{A} |\mathfrak{h}_i|,$$

und nach dem Strahlensatz gilt

$$\varrho_i = \frac{1}{R} L \varrho_i^*.$$

Mit Gl. (10) und bei Beachtung von  $\varrho_i^*$  wird

$$\varrho_i = \frac{L |\mathfrak{h}_i|}{(R^2 - |\mathfrak{h}_i|^2)^{1/2}}.$$

Berücksichtigt man noch die Brechung

$$\mu = \frac{\lambda_a}{\lambda_i} = \frac{\lambda}{\lambda'} = \left(1 + \frac{U_0}{U}\right)^{1/2} \quad (11)$$

und  $R = \mu \cdot \frac{1}{\lambda} = (1 + \delta)^{1/2} \cdot \frac{1}{\lambda}$  mit  $\delta = U_0/U$  und

$U_0$  = mittlerem Gitterpotential, so ergibt sich für die Abbildung der von der Ausbreitungskugel ge-

<sup>12</sup> Es ist ohne Berücksichtigung der relativistischen Korrektion  $U = U_{kl} = 150,543 \cdot 1/\lambda^2$  Volt oder  $\lambda = \sqrt{150,543/U_{kl}}$ , wobei die Betriebsspannung  $U$  in Volt anzugeben ist.

<sup>13</sup> Wird  $L$  in mm,  $\lambda$  in Å und  $|\mathfrak{h}_i|$  in Å<sup>-1</sup> ausgedrückt, so wird  $\varrho_i$  bzw.  $r_i$  in mm erhalten.

troffenen Stelle  $S_i$  des Intensitätsbereiches des  $P_i$ -ten Gitterpunktes

$$\varrho_i = \left[ \frac{L |\mathfrak{h}_i|}{(1 + \delta) \frac{1}{\lambda^2} - |\mathfrak{h}_i|^2} \right]^{1/2}$$

oder

$$\varrho_i = \lambda L |\mathfrak{h}_i| \frac{(1 + \delta)^{-1/2}}{[1 - \lambda^2 |\mathfrak{h}_i|^2 (1 + \delta)^{-1}]^{1/2}}.$$

Hierin sind  $\delta$  und  $\lambda^2$  sehr kleine Größen. Die Binomialentwicklung liefert für  $|\delta|$  und  $|\lambda^2| < 1$  die absolut konvergente Produktreihe

$$\begin{aligned} \varrho_i = \lambda L |\mathfrak{h}_i| & \left[ 1 - \frac{1}{2} \delta + \frac{3}{8} \delta^2 - \dots \right] \\ & \cdot \left[ 1 + \frac{1}{2} \lambda^2 |\mathfrak{h}_i|^2 (1 - \delta + \delta^2 - \dots) \right. \\ & \left. + \frac{3}{8} \lambda^4 |\mathfrak{h}_i|^4 (1 - 2\delta + 3\delta^2 - \dots) + \dots \right]. \end{aligned}$$

Nach Gl. (11) gilt<sup>12</sup>  $\delta = U_0/U = (U_0/150) \cdot \lambda^2 = \varkappa^2 \lambda^2$ , wobei  $\varkappa^2 = U_0/150$  gesetzt ist. Mit den ersten beiden Gliedern der stark konvergierenden Reihe wird die Abbildung des  $P_i$ -ten Intensitätsbereiches dargestellt durch

$$\varrho_i = \lambda L |\mathfrak{h}_i| \left[ 1 + \frac{1}{2} (|\mathfrak{h}_i|^2 - \varkappa^2) \lambda^2 \right].$$

Dabei sind  $\varkappa$  und  $|\mathfrak{h}_i|$  in Å<sup>-1</sup> einzusetzen. Für ein mittleres Gitterpotential  $U_0 = 15$  V,  $\lambda = 0,047$  Å und  $|\mathfrak{h}_i| = 0,5$  Å<sup>-1</sup> wird

$$\varrho_i = \lambda L |\mathfrak{h}_i| [1 + 0,000 16].$$

Das zweite Glied liefert vor allem wegen der Kleinheit von  $\lambda$  erst in der vierten Dezimale einen Beitrag. In erster Näherung gilt daher für die Abbildung<sup>13</sup>

$$\varrho_i \approx r_i = \lambda L |\mathfrak{h}_i|, \quad (12)$$

d. h. der Abbildungsvektor  $r_i$  stellt die Projektion des Gittervektors  $\mathfrak{h}_i$  resp.  $\mathfrak{h}_i$  von  $M$  auf die Filmebene dar.

Näherungsweise ist also  $\mathcal{A} |\mathfrak{h}_i|$ ,  $\Delta r_i = 0$  und  $\varrho_i$  mit  $r_i$  praktisch identisch<sup>14</sup> (vgl. Abb. 4), d. h. man hat es hier mit einer Ausbreitungskugel von sehr geringer Krümmung zu tun, die im Grenzfalle durch ihre Tangentialebene im Koordinaten-Anfangspunkte 0 (Ausbreitungsebene) zu ersetzen ist.

<sup>14</sup> Weiter ist  $\mathfrak{h}_i$  mit  $\mathfrak{h}_i$  gleichzusetzen.  $\mathfrak{h}_i$  bezeichnet somit nicht nur den Vektor zu dem festdefinierten reziproken Gitterpunkt  $P_i$ , sondern auch zu allen Stellen  $S_i$  seines Intensitätsbereiches.

Im Falle der Elektronen-Beugung, wo das Verhältnis  $R/b$  groß gegenüber den Abmessungen des RG ist, darf man die Ausbreitungskugel in erster Näherung durch ihre Tangentialebene im Anfangspunkte 0 ersetzen.

Bei der Beugung von Elektronenstrahlen am Raumgitter wird man immer dann Punkt-Interferenzen mit Flächengitter-Charakter zu erwarten haben, wenn die durchstrahlten Schichten sehr dünn sind; die Gitterpunkte also lineare Intensitätsbereiche in der  $b_3$ -Richtung besitzen. In diesem Falle trifft nach Abb. 2 die sehr flache Ausbreitungskugel neben dem Gitterpunkt 0 ( $h_1 = h_2 = h_3 = 0$ ) noch die Intensitätsbereiche mehrerer solcher Punkte mit

chengitters zeigt, je ausgedehnter das nullte Hauptmaximum von  $h_3$  ist, d. h. je dünner die Schicht ist. In solchem Falle überdeckt das nullte Hauptmaximum die ganze Photoplatte, so daß jetzt lediglich das Kreuzgitterspektrum  $h_{1,2}$  in Erscheinung tritt.

Die Lage der (zentralen) Punktreflexe im Elektronen-Beugungsdiagramm ist nach Gl. (12) gegeben durch die Projektion ( $\lambda L : 1$ ) der Gitterpunkte des RG (Tangentialebene) vom Ausbreitungspunkt  $M$  auf den meist zu  $s_0$  senkrechten Film, im Abstand  $L$  von der Präparatebene. Das Photogramm stellt also ein geometrisch-ähnliches Abbild der Punktanordnung, meistens der Tangentialebene, des RG dar.

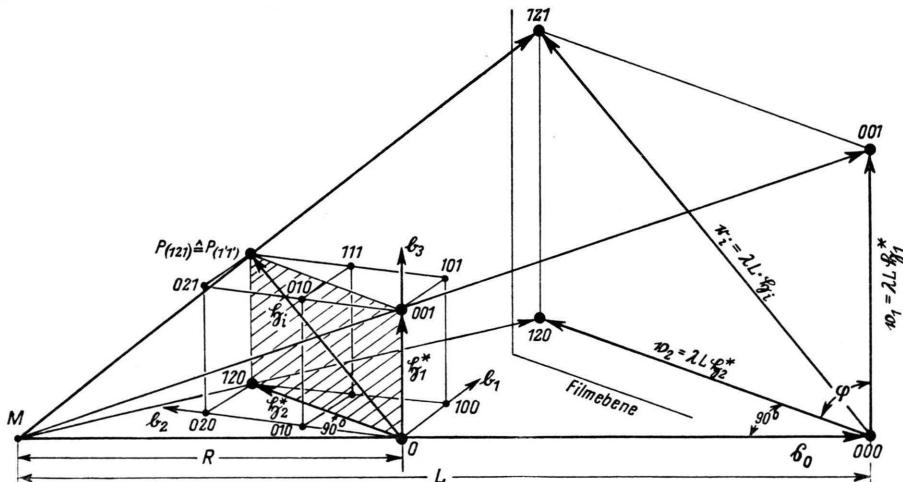


Abb. 5. Entstehung der Punktreflexe durch Zentralprojektion.

$h_3 = 0$ . So ist es zu verstehen, daß sich jetzt im zentralen Kreisbereich des nullten Hauptmaximums ( $h_3 = 0$ ) der zum Primärstrahl antiparallelen Gittertranslation  $b_3$  das Kreuzgitterspektrum  $h_1 h_2$  der anderen beiden Gittergeraden  $b_1, b_2$  abzeichnet. Nach einer punktfreien Zone treten erst wieder für die Kreisbereiche mit  $h_3 = 1, 2 \dots$  Punktreflexe des Gitterspektrums  $h_1 h_2$  auf (vgl. Abb. 6\*). In den zentralen und konzentrischen Zonen gelangen also jeweils die Gitterpunkte<sup>15</sup>  $P_i(h_1 h_2 h_3)$  mit  $h_3 = 0, 1, 2 \dots$  einer Ebene des RG, hier Schichtebene genannt, zur Abbildung. Man sieht, daß die beobachteten Punkt-Interferenzen von einem Raumgitter herrühren, das um so eher den Charakter eines Flä-

### c) Gleichungen zur Auswertung der Punkt-Diagramme von Einkristallen

Zur Auswertung der Punkt-Diagramme knüpft man an Gl. (12) an, d. h. die Deutung der Diagramme erfolgt über das RG. Hierbei ist es notwendig, auch im RG Ebenen (Schichtebenen) zu definieren. Die Kennzeichnung dieser Ebenen geschieht hier zum Unterschied von denen des Atomgitters durch zwei runde Klammern. Nicht in jedem Falle wird eine Begrenzungsfäche, also eine äußere Netzebene des Atomgitters, senkrecht zum einfal-lenden Strahl liegen, d. h. es sind nicht immer die Ebenen aus den Grundtranslationen senkrecht zum

<sup>15</sup> Lediglich bei Durchstrahlung des Einkristalls in der  $\alpha_3$ -Richtung ist für sämtliche Punktreflexe im zentralen Kreisbereich  $h_3 = 0$ . Wird der Kristall dagegen nicht in einer Achsenrichtung durchstrahlt, so ist wegen der Abbildung einer inneren Netzebene des RG

jetzt auch für den zentralen Bereich jeder der Indizes  $h_i \neq 0$ .

\* Abb. 6, 7, 7a, 7b, 8, 8a; 8b, 9, 9a, 9b, 10, 10a, 11, 11a, 12—25, 26a, 26b, 27 auf Tafel S. 156 a—e.

Primärstrahl  $\hat{s}_0$  orientiert. So trifft z. B. in Abb. 5 der Primärstrahl senkrecht auf die Schichtebene ((2̄10)) mit den Elementar-Translationen  $\mathfrak{H}_1^*$  und  $\mathfrak{H}_2^*$ . Diese Translationen schließen miteinander den Winkel  $\varphi$  ein. Für den Gittervektor  $\mathfrak{H}_i$  gilt

$$\mathfrak{H}_i = h'_1 \mathfrak{H}_1^* + h'_2 \mathfrak{H}_2^* \quad (13)$$

mit<sup>16</sup>  $h'_1 = h'_2 = 1$ , jeweils bezogen auf  $|\mathfrak{H}_1^*|$  bzw.  $|\mathfrak{H}_2^*|$  als Längeneinheiten. Der Gittervektor  $\mathfrak{H}_i$ , in den Grundgrößen  $b_i$  des RG ausgedrückt, lautet dagegen (vgl. Abb. 5)

$$\mathfrak{H}_i = h_1 b_1 + h_2 b_2 + h_3 b_3$$

mit  $h_1 = h_3 = 1$  und  $h_2 = 2$ . Der Radiusvektor für die Abbildung des Gitterpunktes  $P_{(h'_1, h'_2)}$  bzw.  $P_{(h_1, h_2, h_3)}$  lässt sich nach den Gl. (12) und (13) schreiben

$$\mathbf{r}_i = \lambda L \mathfrak{H}_i = \lambda L (h'_1 \mathfrak{H}_1^* + h'_2 \mathfrak{H}_2^*) = h'_1 \mathbf{v}_1 + h'_2 \mathbf{v}_2.$$

Die Vektoren  $\mathbf{v}_1$  und  $\mathbf{v}_2$  stellen die Abbildung von  $\mathfrak{H}_1^*$  und  $\mathfrak{H}_2^*$  auf dem Film dar. Ihre Längen sind nach Gl. (12)

$$\begin{aligned} v_1 &= |\mathbf{v}_1| = \lambda L |\mathfrak{H}_1^*|, \\ v_2 &= |\mathbf{v}_2| = \lambda L |\mathfrak{H}_2^*|. \end{aligned} \quad (14)$$

Diese Gleichungen vermitteln den Zusammenhang zwischen der Reflexlage im Beugungsdiagramm und der Punktlage in einer Schichtebene des RG. Die Auswertung der Punkt-Diagramme beruht auf diesen Gleichungen.

Auch die Vektoren  $\mathbf{v}_i$  bzw. ihre Beträge lassen sich in den Grundgrößen  $b_i$  des RG darstellen. So ist nach Abb. 5

$$\mathbf{v}_1 = \lambda L \mathfrak{H}_1^* = \lambda L b_3 \quad \text{oder} \quad v_1 = \lambda L b_3$$

und

$$\mathbf{v}_2 = \lambda L \mathfrak{H}_2^* = \lambda L (b_1 + 2b_2)$$

oder

$$v_2 = \lambda L |(b_1 + 2b_2)|.$$

Für den Ausbreitungsvektor  $\mathbf{r}_i$  gilt entsprechend

$$\mathbf{r}_i = \lambda L \mathfrak{H}_i = \lambda L (b_1 + 2b_2 + b_3)$$

oder

$$r_i = \lambda L |(b_1 + 2b_2 + b_3)|.$$

Der von den Vektoren  $\mathfrak{H}_1^*$  und  $\mathfrak{H}_2^*$  bzw.  $\mathbf{v}_1$  und  $\mathbf{v}_2$  eingeschlossene Winkel  $\varphi$  ist

$$\varphi = \arccos \frac{(\mathfrak{H}_1^*, \mathfrak{H}_2^*)}{|\mathfrak{H}_1^*| \cdot |\mathfrak{H}_2^*|} = \arccos \frac{(\mathbf{v}_1, \mathbf{v}_2)}{v_1 v_2}. \quad (15)$$

Die Abbildung auf die Filmebene erfolgt nach Gl. (12) bezüglich der Länge der Gittervektoren  $\mathfrak{H}_i$  ver-

<sup>16</sup> Auch bei der Auswertung der Beugungsdiagramme werden der Rechnung ausschließlich einfach primitive Gitterzellen zugrunde gelegt.

hältnisgleich, und zwar unter Beibehaltung der Winkel.

## 2. Interferenzen am Flächen- und Linien-gitter (Auslöschungsgesetze)

Durch Neigen der sehr dünnen Einkristallfolie kann man ebenfalls zeigen, daß es sich bei den beobachteten Punkt-Interferenzen nicht um eine Beugungerscheinung an einer einzelnen Netzebene (Flächengitter), sondern um Interferenzen am Raumgitter handelt. Hierbei verschwinden nach Trillat und v. Hirsch<sup>1</sup> die ursprünglichen Punktreflexe, und die Gitterpunkte anderer Netzebenen gelangen zur Abbildung.

Den Übergang vom zweidimensionalen Atomgitter zu seinem reziproken Gitter ermöglichen die Gl. (3'a) und (3'b), und zwar mittels der beliebigen Translationen  $a'_1$ ,  $a'_2$  und ihres Winkels  $\alpha'_3$  (vgl. IV und V). Beim Flächengitter ist die Anzahl der Gitterpunkte in der  $a_3$ -Richtung  $M_3 = 1$ . Für alle Stellen  $A_3$  längs des Gitterstabes  $l_3^*$  nimmt somit Gl. (6) den Wert 1 an, d. h. die Größe des Intensitätsbereiches stimmt mit der Länge des Gitterstabes überein. Bei fest stehendem Primärstrahl  $\hat{s}_0$  wird die gesuchte Orientierung des Systems der Gitterstäbe (RG des Flächengitters) parallel zu  $\hat{s}_0$  bzw. senkrecht zur Ausbreitungsebene durch Neigen des Flächengitters gegen den Primärstrahl erreicht. Die Durchstoßpunkte der Gitterstäbe in der Ausbreitungsebene werden auf den Film abgebildet.

Beim Liniengitter schneidet die Ausbreitungsebene das RG in einer Schar von äquidistanten, parallelen Geraden. Die Verbindungslien des Ausbreitungspunktes  $M$  mit den Punkten dieser Schnittgeraden ergeben das ganze Bündel gleichzeitig entstehender Interferenzstrahl-Richtungen. Diese Liniengitter liegen in Ebenen, welche den Film in parallelen und äquidistanten Geraden schneiden. Die Beugung von Elektronenstrahlen am Liniengitter ergibt daher auf der Photoplatte eine Parallelschar von Geraden (vgl. Abb. 27); die Beugung von Röntgenstrahlen indessen eine Parallelschar von gleichseitigen Hyperbeln<sup>17</sup>.

Beim zweidimensionalen Gitter sind nur zwei Laue-Gleichungen zu erfüllen. Es treten daher beim Flächengitter weit mehr Punktreflexe als beim zugehörigen Raumgitter auf (vgl. die Abb. 7a, b

<sup>17</sup> B. E. Warren, Z. Kristallogr., Mineralog. Petrogr., Abt. A **76**, 209 [1930].

bis 9a, b). Bei Zentrierung der Gitterzelle bestehen auch hier bestimmte Auslöschungsgesetze. Für die Strukturamplitude eines Flächengitters gilt

$$\begin{aligned}\mathfrak{S}_e &= \sum_i (Z_i - f_{iRtg}) e^{2\pi i (p_i h_1 + q_i h_2)} \\ &= \sum_i f_{e_i} e^{2\pi i (p_i h_1 + q_i h_2)}.\end{aligned}$$

Bei innenzentrierter Gitterzelle mit Atomen gleicher Art wird

$$\mathfrak{S}_e = f_e (1 + e^{\pi i (h_1 + h_2)})$$

oder  $\mathfrak{S}_e = 2 |f_e|$  für  $h_1 + h_2 = 2n$ .

und  $\mathfrak{S}_e = 0$  für  $h_1 + h_2 = 2n \pm 1$ ,

d. h. bei innenzentrierter Zelle sind nur Reflexe mit ungemischten Indizes möglich oder anders ausgedrückt, treten gemischte Indizes auf, dann ist die Gitterzelle nicht innenzentriert.

Die hier wiedergegebenen Beugungsdiagramme gestatten verschiedene Netzeinteilungen, und zwar mit rechtwinkeligen und nichtrechtwinkeligen Maschen (Gitterzellen). Je nach Wahl der Achsen für die Netzeinteilung ist die Gitterzelle und mit ihr die Bezifferung eine andere. Die verschiedenen Gitterzellen lassen sich am einfachsten durch Indizes-Transformationen ineinander überführen, da sie immer dieselbe Struktur ergeben müssen. Die Netzeinteilung mit der größtmöglichen reziproken Gitterzelle entspricht dabei der kleinsten (wahren)<sup>18</sup> Zelle im Atomgitter; diese Zelle liefert daher unmittelbar die Abmessungen des Elementarbereiches. Macht man, wie im folgenden geschehen, jeweils die kürzesten Translationen des Beugungsdiagramms zu den Achsen der Netzeinteilung, dann sind die Netzgeraden meistens nicht mehr orthogonal zueinander, dafür aber stellt die reziproke Gitterzelle jetzt die kleinstmögliche nichtzentrierte primitive Zelle dar; d. h. bei Indizierung der Aufnahme sind keinerlei Auslöschungsgesetze zu berücksichtigen.

#### IV. Auswertung der Punkt-Diagramme von Einkristallen

Bei der Auswertung von Aufnahmen mit Einkristallreflexen wird hier vornehmlich nach IVa vorge-

<sup>18</sup> Wie beim Raumgitter muß auch hier der zweidimensionale Elementarbereich mit seinen Translationen und inneren Punkten die gleichen Lagen der Atome und nur diese liefern, wie sie das vorgegebene Flächengitter besitzt. Diese Forderung ist dadurch zu erfüllen, daß die elementare Gitterzelle bereits die Atomanordnung und die Symmetrien des Gitters selbst aufweist. Die Elementarzelle ist daher als ein „Mikrokristall“ (Abmessungen:  $\approx 10^{-8}$  cm) mit dem inneren Aufbau und den äußeren Symmetrien des Makrokristalls anzusehen.

gangen, d. h. nach den Gleichungen für das Raumgitter; in IVb wird das mittels der Gleichungen für das Flächengitter umgezeichnete Reflex-Diagramm hinsichtlich seiner Entstehung als Projektionsvorgang im Atomgitter gedeutet.

a) Es sei die Struktur (Elementarzelle) des zu untersuchenden Kristalls bekannt, nicht aber seine Orientierung zum Primärstrahl. Der Aufnahme lassen sich verschiedene primitive Translationspaare  $v_1, v_2$  und ihr Winkel  $\varphi$  entnehmen. Diese Translationen liefern nach Gl. (14) die zugehörigen, ebenfalls einfachen Gittertranslationen  $\mathfrak{H}_1^*, \mathfrak{H}_2^*$  im RG. Drückt man diese in den Grundvektoren  $b_i$  aus, so legen  $\mathfrak{H}_1^*, \mathfrak{H}_2^*$  mit  $\varphi$  die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  des RG fest, die in der Tangentialebene der Ausbreitungskugel liegt. Diese Ebene wird innerhalb des nullten Hauptmaximums nach Gl. (12) auf den Film abgebildet. Die Reflexlage im Diagramm stimmt demnach mit der Punktlage in der Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  des RG überein. Die Koordinaten der Gitterpunkte dieser Ebene liefern unmittelbar die Indizes für die entsprechenden Reflexe des Beugungsdiagramms. Liegt, wie angenommen, die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  in der Tangentialebene der

Ewald-Kugel, so ist der Gittervektor<sup>19</sup>  $\overrightarrow{[h_1 h_2 h_3]}$  im Atomgitter antiparallel zu  $\vec{s}_0$ . Damit ist auch die Orientierung des Kristalls bestimmt.

b) Wieder sei die Struktur des zu untersuchenden Kristalls als bekannt vorausgesetzt. Das Punkt-Diagramm soll aber jetzt nach den einfacheren Gleichungen für das Flächengitter ausgewertet werden. Man wendet wieder Gl. (14) auf beliebige einfache Paare von Translationen  $v_1$  und  $v_2$  der Aufnahme an; hierbei gelangt man zu den ebenfalls primitiven Gittertranslationen  $\mathfrak{H}_1^*, \mathfrak{H}_2^*$  bzw. den Translationspaaren<sup>20</sup>  $b'_1, b'_2$  und ihrem Winkel  $\beta'_3$  im RG. Die Gleichungen des Flächengitters (3'c) und (3'd), auf  $b'_1$  und  $b'_2$  angewandt, führen zu den einfachen Translationen  $a'_1$  und  $a'_2$  und ihrem Winkel  $\alpha'_3$  im KG. Durch Ergänzen der verschiedenen Translationspaare  $a'_i$  jeweils zu einem zweidimen-

<sup>19</sup> Es wird in Gl. (16) gezeigt, daß im KG, unabhängig vom Kristallsystem, gilt  $\overrightarrow{[h_1 h_2 h_3]} = \vec{s}_0$ , wenn die Schichtebene mit den gleichen Indizes  $((h_1 h_2 h_3))$  in der Ausbreitungsebene liegt. Hierin bedeutet  $=$  Identität bezüglich der Richtung der betrachteten Vektoren, weiter ist mit  $\overrightarrow{[h_1 h_2 h_3]}$  eine Gittergerade und mit  $[h_1 h_2 h_3]$  ein Gittervektor bezeichnet.

<sup>20</sup> Die Striche deuten an, daß es sich hier um beliebige Translationen handelt,

sionalen Elementarbereich mit 0 als Ausgangspunkt erhält man ein Punkt-Diagramm, das mit dem bei senkrechter Projektion der Atome des KG auf die zum Primärstrahl jeweils senkrechte Netzebene identisch ist. Diese Betrachtungsweise liefert lediglich die entsprechenden Reflexlagen des Beugungsdiagramms. Die Bestimmung der abgebildeten Ebene des RG und damit die Indizierung der Aufnahme sowie die Festlegung der Kristallorientierung geschieht auch hier nach IVa.

c) Bei Aufnahmen von kristallographisch verwandten Stoffen genügt der bloße Vergleich der beobachteten Reflexlagen mit denen bekannter Gitterstrukturen, um die Indizes der Punktreflexe, die Kantenlängen des zu untersuchenden Kristalls und seine Orientierung zum Primärstrahl zu erhalten.

### 1. Al als Beispiel

Als Beispiel für eine solche Auswertung sei das Al-Diagramm in Abb. 9 betrachtet. Die Auswertung gestaltet sich hier besonders einfach, da die Struktur des zu untersuchenden Kristalls bekannt ist.

a) Es wird zunächst nach IVa vorgegangen (Auswertung nach den Gleichungen für das Raumgitter). Nach Abb. 9 mit  $v_1 = v_2 = 14,0 \text{ mm}$  und  $\lambda L = 20,0 \text{ Å mm}$  folgt bei Berücksichtigung von Gl. (14)

$$|\mathfrak{H}_1^*| = \frac{v_1}{\lambda L} = 0,700 \text{ Å}^{-1},$$

und  $|\mathfrak{H}_2^*| = \frac{v_2}{\lambda L} = 0,700 \text{ Å}^{-1}$

bei  $\varphi = 60^\circ$ .

Die Gittertransformationen  $\mathfrak{H}_1^*$  und  $\mathfrak{H}_2^*$  sind mit Bachtung von  $\varphi$  durch die Grundtransformationen  $b_i$  des RG auszudrücken. Nach Gl. (3a) ist für kubische

Kristalle  $2b = 2 \frac{1}{a} = 0,496 \text{ Å}^{-1}$  mit  $a = a_{\text{Al}} = 4,041 \text{ Å}$ . Man erhält Übereinstimmung zwischen den experimentellen und berechneten Werten von  $|\mathfrak{H}_1^*|$  und  $|\mathfrak{H}_2^*|$ , wenn man (vgl. die Berechnung zu Abb. 9a sowie die Abb. 9c)

$$\mathfrak{H}_1^* = 2 b_1 + 2 b_3, \quad \mathfrak{H}_2^* = 2 b_3 + 2 b_2$$

setzt. Daraus folgt für Al (kubisch)

$$|\mathfrak{H}_1^*| = |\mathfrak{H}_2^*| = 2b\sqrt{2} = 0,703 \text{ Å}^{-1}$$

und nach Gl. (15)  $\varphi = 60^\circ$ , ebenfalls in Übereinstimmung mit dem Experiment.

<sup>21</sup> Eine erste Kontrolle hierfür ist die Berechnung von  $\varphi$ .

Die Translationen  $\mathfrak{H}_1^*$  und  $\mathfrak{H}_2^*$  sind die Flächen-diagonalen<sup>21</sup> eines Würfels mit der Kantenlänge  $2b$ ; sie liegen nach Abb. 9c in der ((111))-Ebene des RG. Diese Ebene fällt somit in die Tangentialebene der Ewald-Kugel, sie ist also senkrecht zum Primärstrahl  $s_0$  und wird auf den Film abgebildet. Damit ist die Indizierung<sup>22</sup> der beobachteten Punktreflexe gegeben. Wie unten [vgl. Gl. (16)] gezeigt wird, ist im vorliegenden Falle der Gittervektor  $\overrightarrow{[111]}$  im KG antiparallel zu  $s_0$ , wodurch auch die Orientierung des Einkristalls bestimmt ist (Durchstrahlungsrichtung:  $s_0 \parallel [111]$ ).

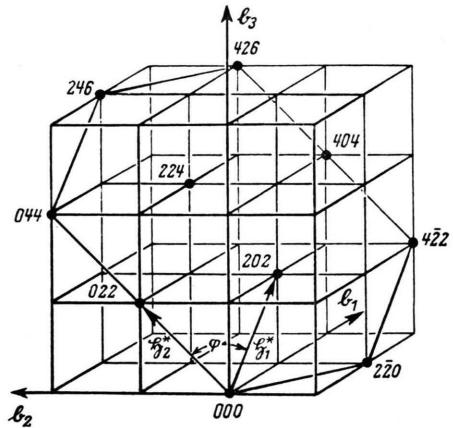


Abb. 9c. Lage der ((111))-Ebene im RG.

b) Das Beugungsdiagramm in Abb. 9 ist jetzt nach IVb als Projektionsvorgang im KG zu deuten (Diskussion nach den Gleichungen für das Flächen-gitter). Aus Abb. 9 lassen sich verschiedene primitive Translationspaare  $v_1, v_2$  und ihre Winkel  $\varphi$  ablesen. So ist in mm und in Winkelgraden ausgedrückt (vgl. Abb. 9d)

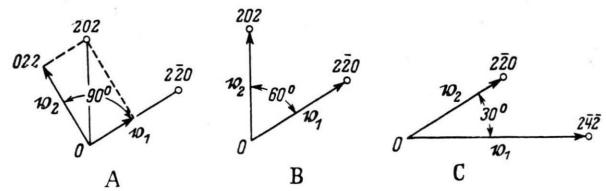


Abb. 9d. Verschiedene einfache Translationspaare der Abb. 9

- A)  $v_1 = 7,0 \text{ mm}$ , B)  $v_1 = 14,0 \text{ mm}$ , C)  $v_1 = 24,4 \text{ mm}$ ,
- $v_2 = 12,2 \text{ mm}$ ,  $v_2 = 14,0 \text{ mm}$ ,  $v_2 = 14,0 \text{ mm}$ ,
- $\varphi = 90^\circ$ ,  $\varphi = 60^\circ$ ,  $\varphi = 30^\circ$ .

<sup>22</sup> Die beobachteten Reflexe genügen den Auslöschungsgesetzen für das flächenzentriert-kubische Gitter; es liegt also Raumgitterstruktur vor.

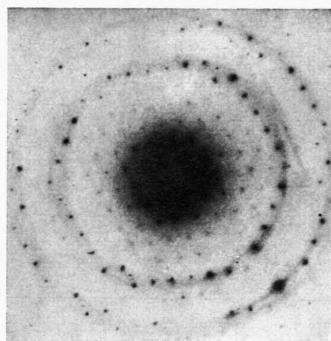


Abb. 6. Punkt-Interferenzen eines dünnen Glimmer-Einkristalls nach Kirchner.

Abb. 7 bis 11. Punkt-Interferenzen eines Al-Einkristalls ( $a_w = 4,041 \text{ \AA}$ )

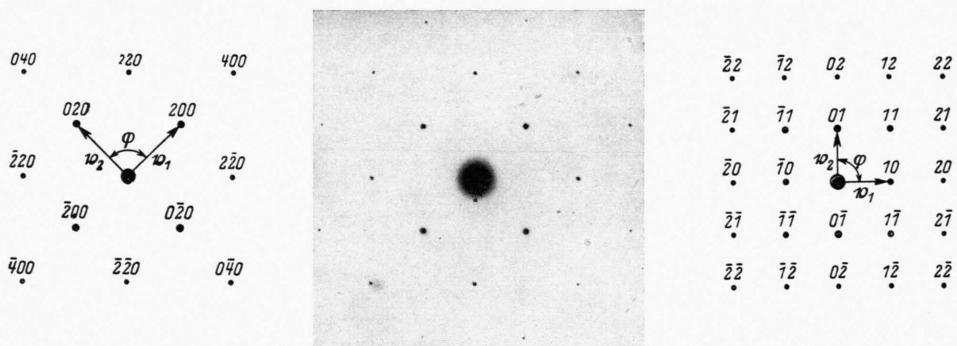


Abb. 7. Primärstrahl parallel zu  $[00\bar{1}]$ .

Abb. 7a. Indizierung bei Raumgitterstruktur.

Abb. 7b. Indizierung bei Flächengitterstruktur.

$$|\alpha'_1| = |\frac{1}{2}(\alpha_1 + \alpha_2)| = \frac{1}{2}a\sqrt{2} \quad \alpha'_3 = 90^\circ$$

$$|\tilde{\alpha}'_1| = |\frac{1}{2}(\alpha_1 - \alpha_2)| = \frac{1}{2}a\sqrt{2}$$

$$|\tilde{\alpha}'_2| = |\frac{1}{2}\beta_1| = \frac{1}{a_1' \sin \alpha'_3} = \frac{\sqrt{2}}{a} = b\sqrt{2}$$

$$|\tilde{\alpha}'_2| = |\frac{1}{2}\beta_2| = \frac{1}{a_2' \sin \alpha'_3} = \frac{\sqrt{2}}{a} = b\sqrt{2}$$

berechnet:  $v_1 = v_2 = \lambda L \cdot 2b = 9,90 \text{ mm}; \varphi = 90^\circ$   
gemessen:  $v_1 = v_2 = 9,8 \text{ mm}$

$$v_1 = v_2 = \lambda L \cdot b\sqrt{2} = 7,00 \text{ mm}; \varphi = 90^\circ$$

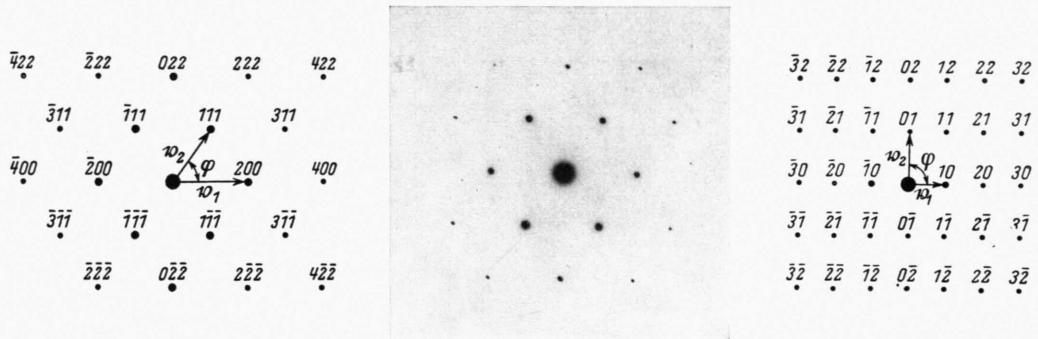


Abb. 8. Primärstrahl parallel zu [011].

Abb. 8a. Indizierung bei Raumgitterstruktur.

$$|\mathfrak{H}_1^*| = |2\mathfrak{b}_1| = 2b$$

$$|\mathfrak{H}_2^*| = |\mathfrak{b}_1 + \mathfrak{b}_2 + \mathfrak{b}_3| = b\sqrt{3}$$

berechnet:  $v_1 = 9,90 \text{ mm}$   $\varphi = 54^\circ 44' 7''$   
 $v_2 = 8,57 \text{ mm}$

gemessen:  $v_1 = 9,8 \text{ mm}$   
 $v_2 = 8,5 \text{ mm}$

Abb. 8b. Indizierung bei Flächengitterstruktur.

$$|\alpha'_1| = |\alpha_2| = a$$

$$|\alpha'_2| = |\frac{1}{2}(\alpha_1 + \alpha_3)| = \frac{1}{2}a\sqrt{2} \quad \alpha'_3 = 90^\circ$$

$$|\mathfrak{H}_1^*| = |\mathfrak{b}'_1| = b$$

$$|\mathfrak{H}_2^*| = |\mathfrak{b}'_2| = \frac{\sqrt{2}}{a} = b\sqrt{2}$$

$$v_1 = 4,95 \text{ mm} \quad \varphi = 90^\circ$$

$$v_2 = 7,00 \text{ mm}$$

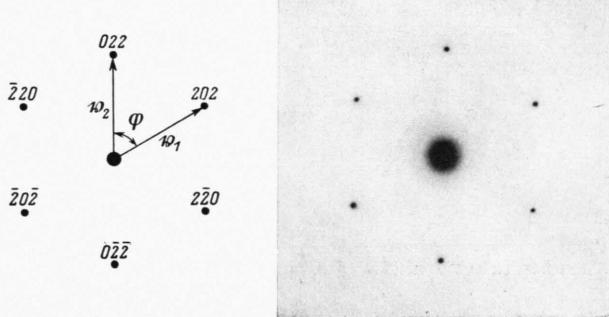


Abb. 9. Primärstrahl parallel zu [111].

Abb. 9a. Indizierung bei Raumgitterstruktur.

$$|\mathfrak{H}_1^*| = |2\mathfrak{b}_1 + 2\mathfrak{b}_3| = 2b\sqrt{2}$$

$$|\mathfrak{H}_2^*| = |2\mathfrak{b}_2 + 2\mathfrak{b}_3| = 2b\sqrt{2}$$

berechnet:  $v_1 = 14,00 \text{ mm}$   $\varphi = 60^\circ$   
 $v_2 = 14,00 \text{ mm}$

gemessen:  $v_1 = v_2 = 13,9 \text{ mm}$

Abb. 9b. Indizierung bei Flächengitterstruktur.

$$|\alpha'_1| = |\frac{1}{2}(\alpha_1 + \alpha_3)| = \frac{1}{2}a\sqrt{2} \quad \alpha'_3 = 60^\circ$$

$$|\alpha'_2| = |\frac{1}{2}(\alpha_2 + \alpha_3)| = \frac{1}{2}a\sqrt{2}$$

$$|\mathfrak{H}_1^*| = |\mathfrak{b}'_1| = \frac{4}{\sqrt{6}}b$$

$$|\mathfrak{H}_2^*| = |\mathfrak{b}'_2| = \frac{4}{\sqrt{6}}b$$

$$v_1 = 8,08 \text{ mm} \quad \varphi = 120^\circ$$

$$v_2 = 8,08 \text{ mm}$$

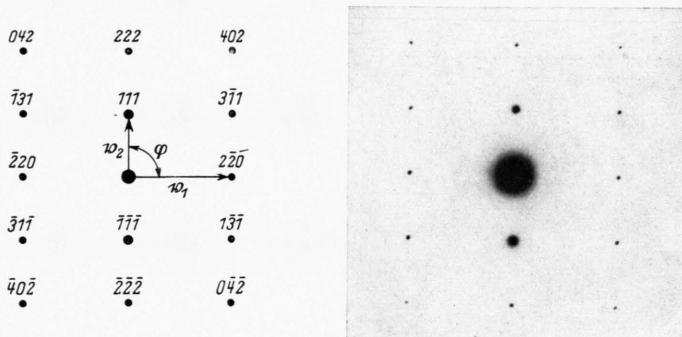


Abb. 10. Primärstrahl parallel zu [112].

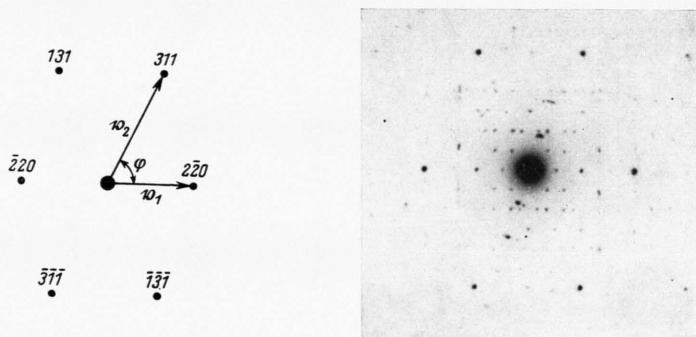


Abb. 11. Primärstrahl parallel zu [114].

Abb. 12 bis 15. Punkt-Interferenzen eines Ni-Einkristalls ( $a_w = 3,517 \text{ \AA}$ )

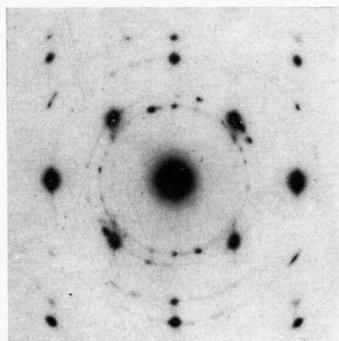


Abb. 12. Primärstrahl parallel zu [001].

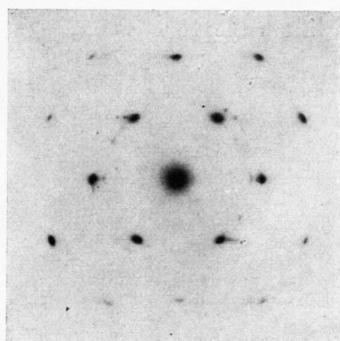


Abb. 13. Primärstrahl parallel zu [011].

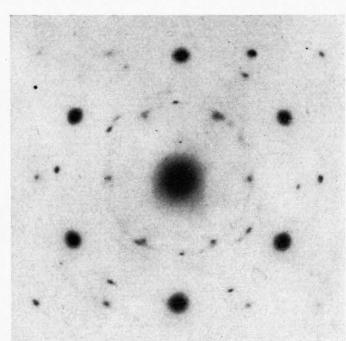
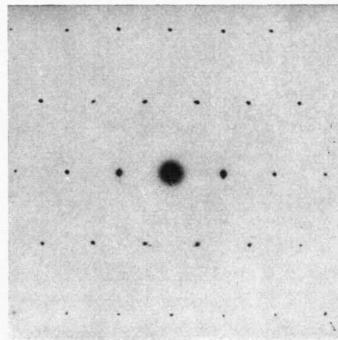
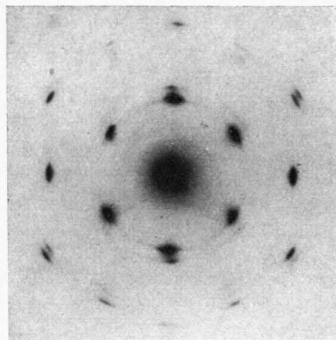


Abb. 14. Primärstrahl parallel zu [111] u. [112].

Abb. 16. Punkt-Interferenzen eines Sn-Einkristalls

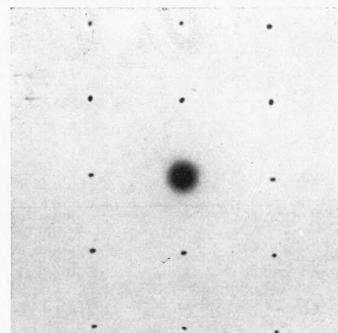
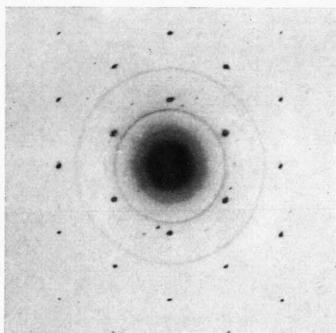


$$a_{\text{tetr.}} = 5,819 \text{ \AA}$$

$$c_{\text{tetr.}} = 3,175 \text{ \AA}$$

Abb. 15. Primärstrahl parallel zu  $[11\bar{2}]$ . Abb. 16. Primärstrahl parallel zu  $[01\bar{2}]$ .

Abb. 17 und 18. Punkt-Interferenzen eines Zn-Einkristalls



$$a_{\text{H}} = 2,660 \text{ \AA}$$

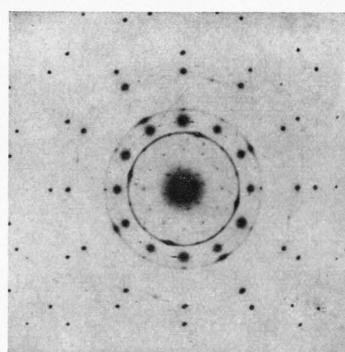
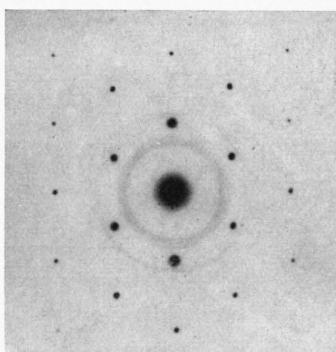
$$c_{\text{H}} = 4,937 \text{ \AA}$$

$$\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ$$

$$\alpha_3 = 120^\circ$$

Abb. 17. Primärstrahl parallel zu  $[00\bar{1}]$ . Abb. 18. Primärstrahl parallel zu  $[31\bar{1}]$ .

Abb. 19 und 20. Punkt-Interferenzen eines Bi-Einkristalls



$$a_{\text{H}} = 4,523 \text{ \AA}$$

$$c_{\text{H}} = 11,791 \text{ \AA}$$

$$\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ$$

$$\alpha_3 = 120^\circ$$

Abb. 19. Primärstrahl parallel zu  $[00\bar{1}]$ .

Abb. 20. Primärstrahl parallel zu  $[00\bar{1}]$   
(Doppelkristall).

Abb. 22 bis 25. Punkt-Interferenzen eines CuAl<sub>2</sub>-Einkristalls

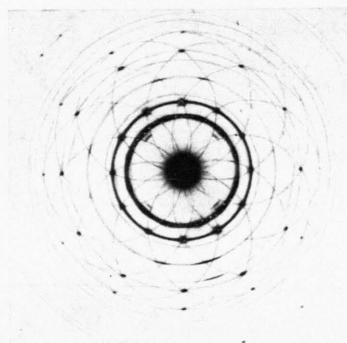


Abb. 21. Dreifaches Überlagerungsdiagramm des Eutektikums (Sn-Bi).

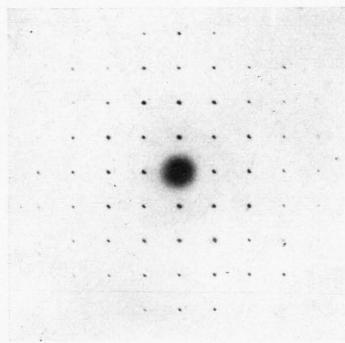


Abb. 22. Primärstrahl parallel zu [001].

$$a_{\text{tetr.}} = 6,052 \text{ \AA}$$
$$c_{\text{tetr.}} = 4,878 \text{ \AA}$$

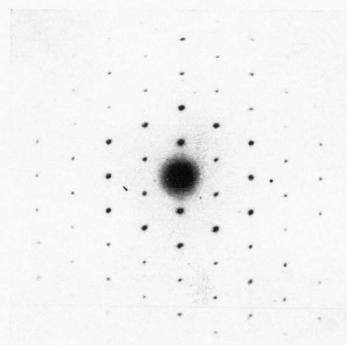


Abb. 23. Primärstrahl parallel zu [111].

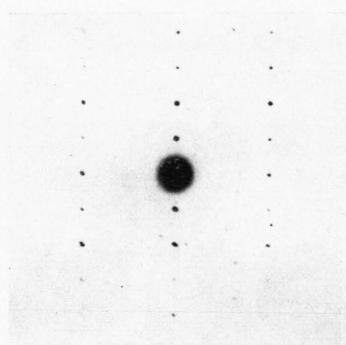


Abb. 24. Primärstrahl parallel zu [112].

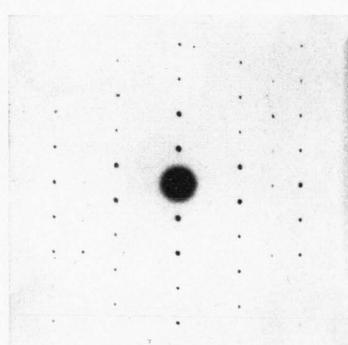


Abb. 25. Primärstrahl parallel zu [113].

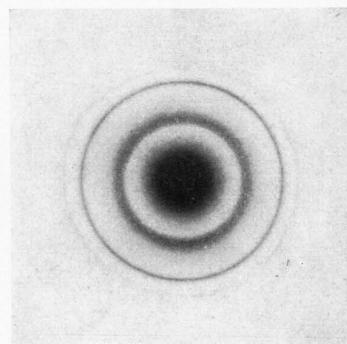


Abb. 26a. Interferenzen von Cu(OH)<sub>2</sub> (Flächengitterpulver).

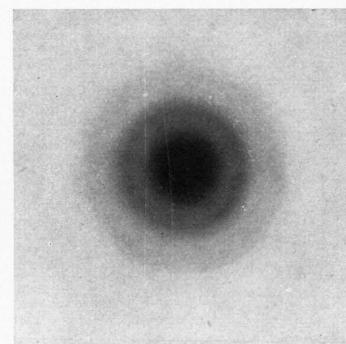


Abb. 26b. Verbreiterte Interferenzen von Cu(OH)<sub>2</sub>.

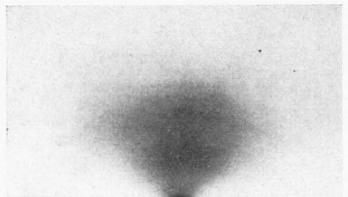


Abb. 27. Liniengitter-Interferenzen von gerichteten Kohlenwasserstoffketten.

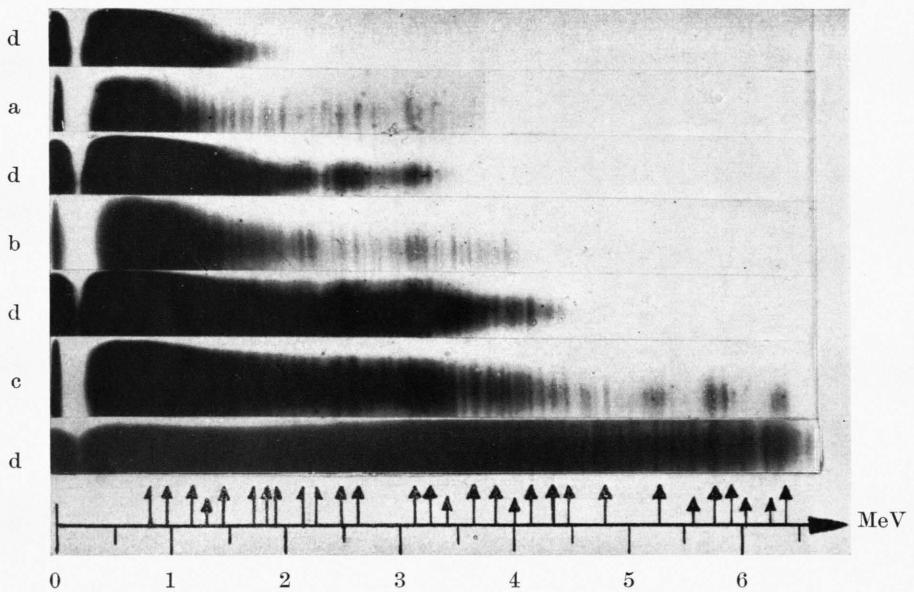


Abb. 1. Aufnahmen des Neon-Reaktionsspektrums; a) 5500 Impulse, b) 26500 Impulse,  
c) 36000 Impulse, d) 250000 Impulse (verschieden starke Kopien).

Gl. (14), auf die  $v_i$  angewandt, liefert

$$\text{A) } |\mathfrak{H}_1^*| = \frac{v_1}{\lambda L} = b'_1, \quad \text{B) } |\mathfrak{H}_1^*| = b'_1, \quad \text{C) } |\mathfrak{H}_1^*| = b'_1,$$

$$|\mathfrak{H}_2^*| = \frac{v_2}{\lambda L} = b'_2, \quad |\mathfrak{H}_2^*| = b'_2, \quad |\mathfrak{H}_2^*| = b'_2,$$

$$\varphi = 90^\circ = \beta'_3, \quad \varphi = 60^\circ = \beta'_3, \quad \varphi = 30^\circ = \beta'_3.$$

Die Translationen  $b'_i$ , in die Gln. (3'c) und (3'd) eingesetzt, führen mit  $\beta'_3$  zu den einfachen Translationen  $a'_i$  und deren Winkel  $\alpha'_3$  im Atomgitter. Danach ist

$$\text{A) } a'_1 = \frac{1}{b'_1 \sin \beta'_3} = \frac{\lambda L}{v_1 \sin 90^\circ} = 2,857 \text{ \AA},$$

$$a'_2 = \frac{1}{b'_2 \sin \beta'_3} = \frac{\lambda L}{v_2 \sin 90^\circ} = 1,649 \text{ \AA},$$

$$\alpha'_3 = 180^\circ - \beta'_3 = 90^\circ.$$

$$\text{B) } a'_1 = \frac{\lambda L}{v_1 \sin 60^\circ} = 1,649 \text{ \AA},$$

$$a'_2 = \frac{\lambda L}{v_1 \sin 60^\circ} = 1,649 \text{ \AA},$$

$$\alpha'_3 = 120^\circ.$$

$$\text{C) } a'_1 = \frac{\lambda L}{v_2 \sin 30^\circ} = 1,649 \text{ \AA},$$

$$a'_2 = \frac{\lambda L}{v_2 \sin 30^\circ} = 2,875 \text{ \AA},$$

$$\alpha'_3 = 150^\circ.$$

Die errechneten  $a'_i$ -Werte ergeben bei Beachtung der Winkel  $\alpha'_3$  die Punktlagen der Abb. 9e. Diese Lagen erhält man unmittelbar durch senkrechte Projektion der Atome des Al-Gitters auf die zum Primärstrahl  $\mathfrak{s}_0$  senkrechte  $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene (vgl. Abb. 9f mit e). Das Punkt-Diagramm der Abb. 9 ist da-

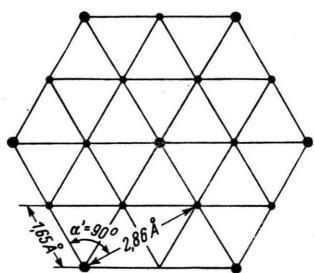


Abb. 9e. Auf das Atomgitter mittels der Gleichungen für das Flächengitter umgezeichnetes Reflex-Diagramm der Abb. 9.

<sup>23</sup> Mit der Ebene  $(h_1 h_2 h_3)$  liegt auch die Parallel-ebene  $(\bar{h}_1 \bar{h}_2 \bar{h}_3)$  senkrecht zu  $\mathfrak{s}_0$ , d. h. beide Ebenen sind parallel zur Oberfläche der durchstrahlten Folie.

<sup>24</sup> In weniger einfach gelagerten Fällen kann man andererseits durch geeignete Wahl orthogonaler Achsen das Punkt-Diagramm in rechtwinklige Gitterzellen

mit gleichsam durch eine einzige Netzebene verursacht. Man erhält daher trotz homogener Strahlung und definierter Kristallorientierung für jede Wellenlänge  $\lambda$  ein Interferenzbild (Flächengittercharakter dünner Einkristalle).

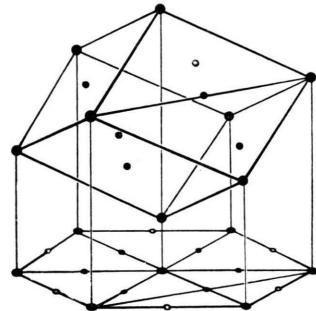


Abb. 9f. Senkrechte Projektion der Atome auf die  $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene.

Die in Abb. 9e auf das Atomgitter mittels der Gleichungen für das Flächengitter umgezeichnete Reflexlage der Abb. 9 stimmt also überein mit der Punktlage bei senkrechter Projektion der Atome des Al-Gitters auf die zum Primärstrahl senkrechte  $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene<sup>23</sup>. Bei kubischen und nichtkubischen Kristallen mit einfacher Orientierung<sup>24</sup> kann man unmittelbar aus der Aufnahme auf die zum Primärstrahl senkrechte Netzebene, d. h. auf die Kristallorientierung schließen.

## 2. Sn als weiteres Beispiel

Für das kubische Gitter gilt: Liegt die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  des RG in der Tangentialebene der Ausbreitungskugel, ist sie also senkrecht zu  $\mathfrak{s}_0$ , dann steht die gleichindizierte Netzebene  $(h_1 h_2 h_3)$  des KG ebenfalls senkrecht zu  $\mathfrak{s}_0$  bzw. senkrecht zur Gittergeraden  $[h_1 h_2 h_3]$ , d. h. es ist  $\overrightarrow{\mathfrak{N}_{(h_1 h_2 h_3)}} = \mathfrak{N}_{(h_1 h_2 h_3)} \equiv [h_1 h_2 h_3] \equiv -\mathfrak{s}_0$ , wenn  $\mathfrak{N}_{(h_1 h_2 h_3)}$  bzw.  $\mathfrak{N}_{(h_1 h_2 h_3)}$  die Normale auf der Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  bzw. auf der Netzebene  $(h_1 h_2 h_3)$  bezeichnet. Auch für den nichtkubischen Fall möge die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  in der Tangentialebene der Ausbreitungskugel liegen, sie möge also senkrecht zum Primärstrahl  $\mathfrak{s}_0$  stehen. Welches ist jetzt die zu  $\mathfrak{s}_0$  senkrechte Netzebene im KG? Allgemein gilt:

zerlegen. Die Bestimmung der Identitätsperioden in Richtung der Achsen nach der Schichtlinienbeziehung gestattet, unmittelbar auf die Netzebene in der Folienoberfläche und damit auf die Kristallorientierung zu schließen. Die Indizierung der Aufnahme kann nach IVa, also über das RG erfolgen.

Die Richtung des Gittervektors  $\vec{\mathfrak{g}}_{(h_1 h_2 h_3)}$  im RG zu dem Gitterpunkt mit den Koordinaten  $h_1 h_2 h_3$  stimmt überein mit der Normalen-Richtung  $\vec{n}_{(h_1 h_2 h_3)}$  der entsprechenden Netzebenenschar  $(h_1 h_2 h_3)$  im KG;

das ist eine reziproke Beziehung zwischen KG und RG. Es gilt daher auch:

Die Richtung des Gittervektors  $\vec{r}_{h_1 h_2 h_3} = [h_1 h_2 h_3]$  im KG zu dem Gitterpunkt (Atom) mit den Koordinaten  $h_1 h_2 h_3$  stimmt überein mit der Normalenrichtung  $\vec{n}_{((h_1 h_2 h_3))}$  der entsprechenden Schichtebenenschar  $((h_1 h_2 h_3))$  im RG.

Da  $\vec{s}_0$  senkrecht auf der Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  steht, kann man schreiben

$$\vec{n}_{((h_1 h_2 h_3))} \equiv -\vec{s}_0,$$

und nach oben gilt

$$\vec{r}_{h_1 h_2 h_3} = [h_1 h_2 h_3] \equiv \vec{n}_{((h_1 h_2 h_3))};$$

infolgedessen ist auch

$$\vec{r}_{h_1 h_2 h_3} = [h_1 h_2 h_3] \equiv -\vec{s}_0, \quad (16)$$

d. h. liegt die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  des RG in der Tangentialebene der Ausbreitungskugel, ist sie

also senkrecht zu  $\vec{s}_0$ , so ist der Gittervektor  $[h_1 h_2 h_3]$  im KG (dieselben Indizes!), unabhängig vom Kristallsystem, immer antiparallel zu  $\vec{s}_0$ .

Im kubischen Gitter, wo es zu jeder Gittergeraden  $[h_1 h_2 h_3]$  eine zu ihr senkrechte Netzebene  $(h_1 h_2 h_3)$  mit denselben Indizes gibt, ist mit der Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  auch die zugehörige Netzebene  $(h_1 h_2 h_3)$  senkrecht zum Primärstrahl. Im allgemeinen Falle ist aber bei Durchstrahlung einer Einkristallfolie nicht die Netzebene  $(h_1 h_2 h_3)$  senkrecht zu  $\vec{s}_0$ , wenn die Schichtebene  $((h_1 h_2 h_3))$  mit den gleichen Indizes in der Ausbreitungsebene liegt, sondern, da  $[h_1 h_2 h_3] \equiv -\vec{s}_0$  ist, immer nur die zur Gittergeraden  $[h_1 h_2 h_3]$  senkrechte Ebene des KG. Die mittels der Gleichungen für das Flächengitter [vgl. Gln. (3'c) und (3'd)] auf das Atomgitter umgezeichnete Reflexlage des Beugungsdiagrammes ist daher identisch mit der Punktlage bei Projektion der Atome (KG) in Richtung von  $\vec{s}_0$  auf die zur Gittergeraden  $[h_1 h_2 h_3]$  jeweilig senkrechte Netzebene. Als Beispiel hierfür sei die Auswertung einer Sn-Aufnahme betrachtet.

Die Struktur des Sn-Einkristalls sei bekannt, nicht aber seine Orientierung zum Primärstrahl. Die Diskussion des Beugungsdiagramms in Abb. 16

geschieht nach IVb, d. h. nach den Gleichungen für das Flächengitter. Der Aufnahme entnimmt man das primitive Translationspaar  $\mathfrak{v}_1, \mathfrak{v}_2$  und seinen Winkel  $\varphi$ . Es ist

$$v_1 = 6,88 \text{ mm}, v_2 = 9,92 \text{ mm} \text{ und } \varphi \approx 70^\circ.$$

Gl. (14), auf die  $v_i$  angewandt, liefert

$$|\vec{\mathfrak{g}}_1^*| = \frac{v_1}{\lambda L} = b'_1 = 0,344 \text{ \AA}^{-1},$$

$$|\vec{\mathfrak{g}}_2^*| = \frac{v_2}{\lambda L} = b'_2 = 0,496 \text{ \AA}^{-1},$$

bei

$$\varphi = \beta'_3 \approx 70^\circ.$$

Die primitiven Gittertranslationen  $\vec{\mathfrak{g}}_1^*, \vec{\mathfrak{g}}_2^*$  sind bei Beachtung von  $\beta'_3$  in den Grundtranslationen  $\mathfrak{b}_i$  des RG auszudrücken. Für das tetragonale Sn mit

$$a_1 = a_2 = a_{\text{tetr.}} = 5,819 \text{ \AA},$$

$$a_3 = c_{\text{tetr.}} = 3,175 \text{ \AA} \text{ und } \alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 90^\circ \text{ bzw.}$$

$$b_1 = b_2 = b = \frac{1}{a_{\text{tetr.}}} = 0,172 \text{ \AA}^{-1},$$

$$b_3 = \frac{1}{c_{\text{tetr.}}} = 0,315 \text{ \AA}^{-1} \text{ und } \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = 90^\circ$$

lassen sich die Elementartranslationen  $\vec{\mathfrak{g}}_1^*$  und  $\vec{\mathfrak{g}}_2^*$  darstellen durch

$$\vec{\mathfrak{g}}_1^* = 2\mathfrak{b}_1 \text{ bzw. } |\vec{\mathfrak{g}}_1^*| = 2b = 0,344 \text{ \AA}^{-1},$$

$$\vec{\mathfrak{g}}_2^* = \mathfrak{b}_1 + 2\mathfrak{b}_2 + \mathfrak{b}_3 \text{ bzw. } |\vec{\mathfrak{g}}_2^*| = \sqrt{b^2 + b_3^2} = 0,497 \text{ \AA}^{-1}$$

mit

$$\varphi = \beta'_3 = 69^\circ 45' 9''.$$

Die Translationen  $\vec{\mathfrak{g}}_1^*, \vec{\mathfrak{g}}_2^*$  liegen in der  $((0\bar{1}2))$ -Ebene des RG; ihre Werte, auch hinsichtlich des Winkels  $\beta'_3$ , stehen mit den experimentellen in bestem Einklang. Um das Reflexdiagramm mit dem Projektionsbild im Atomgitter vergleichen zu können, hat man die Gln. (3'c) und (3'd) auf die  $\mathfrak{b}_i$  und den Winkel  $\beta'_3$  anzuwenden (vgl. IV, 1b); sie führen zu den einfachen Translationen  $a'_i$  und deren Winkel  $\alpha'_3$  im Atomgitter. Es ist

$$a'_1 = \frac{1}{b'_1 \sin \beta'_3} = 3,10 \text{ \AA}, \quad a'_2 = \frac{1}{b'_2 \sin \beta'_3} = 2,15 \text{ \AA}$$

und

$$\alpha'_3 = 180^\circ - \beta'_3 = 110^\circ 14' 51''.$$

Die errechneten  $a'_i$ -Werte liefern mit  $\alpha'_3$  die Punktlagen der Abb. 16a. Man erhält diese Lagen auch durch senkrechte Projektion entsprechender Atome des Sn-Gitters auf die zum Primärstrahl  $\vec{s}_0$  senkrechte Ebene. Diese Netzebene geht durch die  $\mathfrak{a}_1$ -Achse ([100]-Richtung). In Abb. 16b ist diese

Projektion (in Richtung  $\xi_0$ ) auf die zur Gittergeraden  $[0\bar{1}2]$  senkrechte Ebene und auf die  $(012)$ -Ebene dargestellt. Die nicht ausgefüllten Kreise in Abb. 16b stellen wie in den Abb. 16c und d die Innenatome der raumzentrierten Sn-Zelle dar.

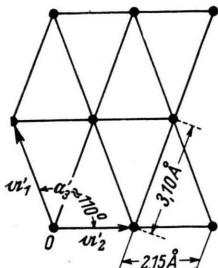


Abb. 16a. Auf das Atomgitter mittels der Gleichungen für das Flächengitter umgezeichnetes Reflex-Diagramm der Abb. 16.

Die berechneten Projektionen bzw. deren Darstellungen in Abb. 16b erlauben mit der Grundtranslation  $a_1$  und dem Winkel  $\alpha_3$  die Konstruktion der Punkte in den Abb. 16c und d. Ein Vergleich der Abb. 16a, c und d zeigt die für die Abb. 16a und o zu erwartende Identität der Punktlagen.

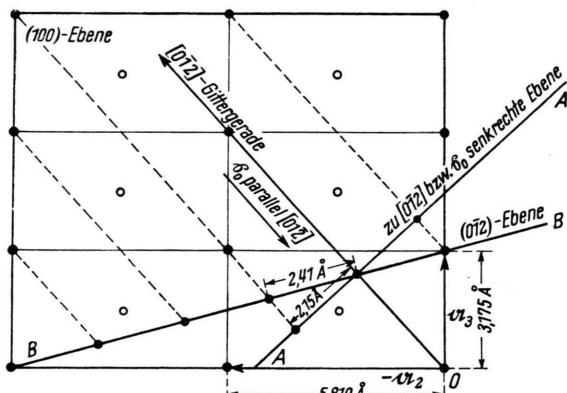


Abb. 16b. Lage der  $(0\bar{1}2)$ -Ebene und der zu  $[0\bar{1}2]$  bzw.  $\xi_0$  senkrechten Ebene.

Wieder läßt sich das experimentell erhaltene Reflex-Diagramm als Projektionsvorgang im Atomgitter deuten. Man hat dabei zu beachten, daß Abb. 16 bzw. 16a lediglich die Projektionen der raumzentrierten tetragonalen Gitterzelle von Sn liefert, obwohl das Sn-Gitter durch eine Ineinanderstellung zweier solcher zentrierter Gitter mit den Anfangspunkten  $(000)$  und  $(0 \frac{1}{2} \frac{1}{4})$  zustande kommt. Sucht man die abzubildende Schichtebene  $(012)$  im RG auf, so sieht man, daß in ihr keine Punkte bzw. Reflexe liegen, für die neben der allgemeinen Auslöschungsbeziehung für das raumzentrierte Gitter ( $S_{rz} = 0$  für  $\sum h_i = 2n \pm 1$  mit  $n = 0, 1, 2 \dots$ )

zusätzlich die weitere Auslösungsbedingung<sup>25</sup> des Sn-Gitters:  $2h_2 + h_3 = 4n \pm 2$  mit  $n = 0, 1, 2 \dots$  erfüllt wäre. Hinsichtlich der vorgegebenen Projektionsrichtung  $[0\bar{1}2]$  muß sich daher das Sn-Gitter wie ein einfaches raumzentriertes tetragonales Gitter verhalten, d. h. es dürfen sich entsprechend den Abb. 16 bzw. 16a die Flächenatome der  $(a_1 a_3)$ -Ebene in der Projektion nicht abzeichnen. Aus diesem Grunde wurden in Abb. 16b diese Atome mit  $H = \frac{1}{4} c_{\text{tetr.}}$  bzw.  $\frac{3}{4} c_{\text{tetr.}}$  fortgelassen. Anders liegen dagegen die Verhältnisse, wenn der Sn-Einkristall z. B. in der  $[00\bar{1}]$ -Richtung durchstrahlt wird (vgl. Tab. 1). In diesem Falle liegen in der Schichtebene  $(001)$  Reflexe mit der zusätzlichen Bedingung  $2h_2 + h_3 = 4n \pm 2$ ; diese Reflexe werden

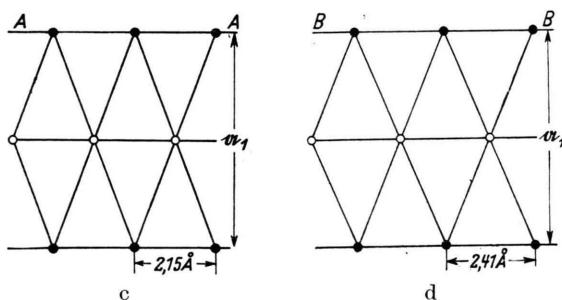


Abb. 16c. Projektion der Atome auf die zu  $[0\bar{1}2]$  bzw.  $\xi_0$  senkrechte Ebene.

Abb. 16d. Projektion der Atome in Richtung  $\xi_0$  auf die  $(012)$ -Ebene.

aus der Zahl der möglichen ( $\sum h_i = 2n$  mit  $n = 0, 1, 2 \dots$ ) ausgelöscht. Jetzt zeichnen sich die Flächenatome der Sn-Gitterzelle ab; hier ist die Umzeichnung des Reflexbildes identisch mit der senkrechten Projektion sämtlicher Sn-Atome auf die  $(a_1 a_2)$ -Ebene. Man sieht, daß die Lage der Projektionsebene und damit die Auslösungsgesetze eine Auswahl unter den zu projizierenden Atomen (KG) treffen.

Die Indizierung der Aufnahme und die Bestimmung der Kristallorientierung erfolgt hier ebenfalls nach IVa. Diese Betrachtungen zeigen, daß hinsichtlich der Auswertung von Punkt-Diagrammen kubischer und nichtkubischer Kristalle kein prinzipieller Unterschied besteht.

<sup>25</sup> Sie lautet:

$$S \approx \left(1 + e^{\pi i (h_1 + h_2 + h_3)}\right) \left(1 + e^{\pi i (h_2 + \frac{1}{2} h_3)}\right) = \\ S_{rz} \left(1 + e^{\pi i (h_2 + \frac{1}{2} h_3)}\right).$$

## V. Ergebnisse

### 1. Beugung am Einkristall

In den folgenden Abbildungen sind einige Aufnahmen mit Einkristall-Reflexen wiedergegeben. Für die Al-Aufnahmen ist die Indizierung der Punkt-Interferenzen durchgeführt, und zwar in drei Fällen auch für das zugehörige Flächengitter. Ein Vergleich entsprechender Beugungs- und Indizesdiagramme zeigt, daß hier Punkt-Interferenzen von Kristallen mit Raumgitterstruktur vorliegen.

Zur Indizierung der Aufnahme wurde zunächst nach IVa vorgegangen, d. h. die Punktreflexe wurden als Raumgitterinterferenzen gedeutet. Um sie vergleichsweise auch als Flächengitterreflexe zu interpretieren, sucht man die abgebildete Netzebene im KG auf. Aus ihren kürzesten Translationen  $a'_1$  und  $a'_2$ , in den Grundtranslationen  $a_i$  ausgedrückt, werden bei Beachtung des eingeschlossenen Winkels  $\alpha_3'$  nach den Gleichungen für das Flächengitter [vgl. Gln. (3'a) und (3'b)] die ebenfalls primitiven Gittertranslationen  $\mathfrak{H}_1^*$ ,  $\mathfrak{H}_2^*$  bzw.  $b_1'$ ,  $b_2'$  im RG errechnet und in den Grundtranslationen  $b_i$  dargestellt. Diese Größen, mit dem Abbildungsfaktor ( $\lambda L$ ) multipliziert, liefern das einfache Translationspaar  $v_{1,2} = \lambda L \mathfrak{H}_{1,2}^* = \lambda L b_{1,2}'$  und mit  $\varphi = \beta_3' = 180 - \alpha_3'$  den primitiven Elementarbereich des gesuchten Flächengitterdiagramms (vgl. die Abb. 7 b bis 9 b).

Es seien einige ergänzende Bemerkungen zu den Ergebnissen einzelner Aufnahmen angeschlossen. In Abb. 11 liegt ein seltes Elektronen-Beugungs-Diagramm vor; es zeigt neben den Reflexen eines Al-Einkristalls ein Netz von Punkten um den Primärfeck. Hier handelt es sich um das Punkt-Diagramm eines Substitutions-Mischkristalls, d. h. im durchstrahlten Al-Einkristall sind einzelne Gitterpunkte in periodischer Wiederkehr von Fremdatomen, wahrscheinlich Cu-Atomen, besetzt; denn die Al-Folie wurde hoch getempert, und dabei diente ein Cu-Block als Träger. So ist in der [220]-bzw. [311]-Richtung jedes 4. bzw. 6. Al-Atom durch ein Fremdatom ersetzt (Überstruktur), d. h. die Atomsubstitution erfolgt mit der vier- bzw. sechsfachen Periode der Grundtranslation. Die neuen Punktreflexe sind ein unmittelbarer Beweis für den regelmäßigen Einbau von Fremdatomen<sup>26</sup> in den durchstrahlten Al-Einkristall.

Die Beugungsdiagramme von Ni in den Abb. 12 bis 15 lassen z. Tl. neben den Punkt-Interferenzen

noch schwach die zugehörigen Debye-Scherrer-Ringe erkennen. Dieses Ringsystem beweist das Vorhandensein einer polykristallinen Ni-Schicht. Weiter zeigen die Abb. 14 und 15 eine Überlagerung von Punkt-Interferenzen, die durch eine verschiedene Orientierung mehrerer gleichzeitig durchstrahlter Ni-Einkristalle hervorgerufen ist. So sind in Abb. 14

1. die 6 starken Punktreflexe auf dem (220)-Ring von überragender Intensität; sie röhren von einem Ni-Einkristall mit [111] als Durchstrahlungsrichtung her (vgl. Abb. 14 mit 9). Ein zweiter Einkristall mit der gleichen Orientierung liefert ebenfalls 6, allerdings erheblich schwächere Reflexe auf demselben Kreis, und zwar mit einer Winkelverschiebung von 35° gegenüber den starken Punkt-Interferenzen (Doppelkristall). Die beiden Ni-Einkristalle liegen demnach mit der (111)-Ebene parallel zur Oberfläche<sup>27</sup> und sind um 35° gegeneinander verdreht (Drehachse: [111]-Richtung);
2. die 6 schwachen Punktreflexe auf dem (111)-Ring drei Ni-Einkristallen (Drillingsbildung) zuzuordnen; denn das Diagramm zeigt 3 Paare von gleichen Translationen  $v_1$  und  $v_2$  mit  $\varphi = 90^\circ$  und einer jeweiligen Winkelverschiebung von 60° [ $\angle(v_i, v_i') = 60^\circ$ ]. Normalerweise liefert bei kubischen Kristallen nur die (111)-Ebene als Projektionsebene 6 Punktreflexe auf einem Kreise (vgl. Abb. 9 und 14). In Abb. 14 liegen die (112)-Ebenen dreier Ni-Einkristalle senkrecht zu  $s_0$  und sind jeweils um 60° gegenüber einander verdreht (Drehachse: [112]-Richtung; vgl. Abb. 14 mit 10). Diese Abbildung kommt also durch Überlagerung der Punkt-Diagramme eines Ni-Doppel- und Ni-Dreifach-Kristalls zu stande.

Abb. 14 ist jeweils für einen Kristall mit dem Primärstrahl  $s_0$  senkrecht zur (111)- resp. (112)-Ebene zu indizieren, d. h. für zwei verschiedene Kristall-Orientierungen.

Der gleiche Fall der Drillingsbildung (Dreifach-Kristall) kehrt in Abb. 15 wieder, allerdings weit stärker ausgeprägt (vgl. Abb. 15 mit 14 bzw. 10). Hier liegen die (112)-Ebenen dreier Ni-Einkristalle, ebenfalls bei einer gegenseitigen Verdrehung von 60°, parallel zur Oberfläche (Drehachse: [112]-Richtung). In Abb. 15 sind die Reflexe (131), (222) usf.,

<sup>26</sup> M. v. Laue, Ann. Physik **56**, 497 [1918] und **78**, 167 [1925].

<sup>27</sup> Hierbei ist angenommen, daß die Träger- oder Folienoberfläche senkrecht zum Primärstrahl  $s_0$  liegt.

also mit  $\sum h_i^2 = 11$  und  $\sum h_i^2 = 12$ , als drei Einzelreflexe gut zu erkennen, nicht aber in Abb. 14, wo es sich im wesentlichen um eine Durchstrahlung in der [111]-Richtung handelt. Die Kombinations-Diagramme der Abb. 12 bis 15 beweisen das Vorhandensein von Ni-Einkristallen, teilweise mit Doppel- und Drillingsbildung, neben einer vielkristallinen Ni-Schicht.

In Abb. 17 sind die beiden scharfen Debye-Scherrer-Ringe der  $\alpha$ -Form von Zn(OH)<sub>2</sub> zuzuordnen. Hier handelt es sich um die bekannte Beugungserscheinung an einem „Flächengitterpulver“; vorherrschend sind aber die Punktreflexe, die von einem Zn-Einkristall mit der Basis [(001)-Ebene] senkrecht zum Primärstrahl herrühren (Durchstrahlungsrichtung: [001]). Im Punkt-Diagramm der Abb. 18 liegt eine hochindizierte Richtung eines Zn-Einkristalls parallel zum Primärstrahl.

Weiter sind die Einkristallaufnahmen von Bi interessant. In Abb. 19 handelt es sich um die Durchstrahlung eines Bi-Einkristalls<sup>28</sup> in der [001]-Richtung, der in eine polikristalline (Sn-Bi)-Schicht eingelagert ist. Die starken Punkt-Reflexe auf dem schwachen (110)-Ring<sup>29</sup> von Bi ergeben ein reguläres Sechseck. Der gleiche Fall der Kristallorientierung kehrt in Abb. 20 wieder; nur liegt hier ein Doppelkristall vor. Beide Bi-Kristalle sind mit der (001)-Ebene senkrecht zum Primärstrahl orientiert und um 30° gegeneinander verdreht. (Drehachse: [001]-Richtung). Hierdurch erklärt sich die Zwölferlage der Reflexe auf dem (110)-Ring. Neben diesen Punkt-Interferenzen sind in den Abb. 19 und 20 einige z. Tl. recht schwache Debye-Scherrer-Ringe der durchstrahlten eutektischen (Sn-Bi)-Schicht zu beobachten. So sind der innerste und der äußerste Ring in Abb. 19 der (102)- und (201)-Ebene von Bi zuzuordnen und der mittlere Ring der (101)-Ebene von weißem tetragonalem Sn. Gleches gilt für Abb. 20, nur fehlt hier der innerste Bi-Ring.

Ein noch stärker zusammengesetztes Beugungsbild liegt in Abb. 21 vor. Die Auswertung ergibt, daß

1. das Debye-Scherrer-Diagramm von einer vielkristallinen (Sn-Bi)-Schicht [eutektische (Sn-Bi)-Legierung] herröhrt. Dabei ist der innere (starke) Ring ein Doppelring; er ist der

(200)- und (101)-Ebene von weißem Sn zuzuordnen und der nächste starke Ring mit den 12 Punktreflexen der (110)-Ebene von Bi. Weiter zeigt das Diagramm eine schwache Faserstruktur;

2. die Punktreflexe, insbesondere auf dem (110)-Ring von Bi, mit denen der Abb. 20 identisch sind, d. h. es handelt sich auch hier um die Durchstrahlung eines Bi-Doppelkristalls in der [001]-Richtung. Beide Kristalle liefern Reflexe von etwa gleicher Intensität und sind um 30° gegeneinander verdreht;

3. die Interferenzstrahlen der 12 Punktreflexe auf dem (110)-Ring von Bi im weiteren als Primärstrahlen wirken, indem sie bei ihrem Durchgang durch eine polikristalline Bi-Schicht je ein Debye-Scherrer-Diagramm mit ihrem zugehörigen Reflexpunkt als Mittelpunkt erzeugen. Von diesem Ringsystem zeichnet sich infolge der Orientierung der Kristallite lediglich der (110)-Ring von Bi als stärkster Ring ab.

In Abb. 21 liegt also ein aus drei verschiedenen Interferenzerscheinungen<sup>4</sup> überlagertes Beugungsbild vor. Es baut sich aus einem gewöhnlichen Vielkristall-Diagramm (Debye-Scherrer-Diagramm) mit teilweiser Fasertextur, einem Punkt-Interferenz-Diagramm, von einem Doppel-Kristall herrührend, und einem sekundären Vielkristall-Diagramm auf.

Die Resultate dieser Untersuchungen an Einkristallen sind in Tab. 1 zusammengestellt. Bei Al sind die Ebenen parallel zur Oberfläche nach der Häufigkeit ihres Auftretens geordnet. Die große Häufigkeit, mit der hier die (011)- und die (112)-Ebene parallel zur Walzebene liegen, steht im Einklang mit den Angaben von Glocker<sup>30</sup>.

## 2. Beugung an ungeordneten Flächen-gittern

Interessant ist eine Gruppe von Beugungsbildern, die man bei Durchstrahlung gewisser Metallfolien mit Elektronenstrahlen erhält. Charakteristisch ist für sie das Auftreten von Interferenzringen, deren Radienquadrate sich wie 1:3:4:7:9:12:usf. verhalten. Diese Ringe lassen sich als Reflexe ( $h_1 h_2 0$ ) eines hexagonalen Raumgitters mit  $h_3 = 0$  indizieren. Weiter nimmt die Intensität dieser Ringe nach

<sup>28</sup> Wie das zugehörige Indizes-Diagramm zeigt, treten bei hexagonaler Indizierung nur Reflexe auf, die der Rhomboeder-Bedingung  $h_1 - h_2 + h_3 = 3n$  bzw.

<sup>29</sup> Bei rhomboedrischer Indizierung: (101)-Ring.  
<sup>30</sup> R. Glocker, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, Springer-Verlag, Heidelberg 1949.

<sup>28</sup> Wie das zugehörige Indizes-Diagramm zeigt, treten bei hexagonaler Indizierung nur Reflexe auf, die der Rhomboeder-Bedingung  $h_1 - h_2 + h_3 = 3n$  bzw.  $h_2 - h_1 + h_3 = 3n$  mit  $n = 0, 1, 2, \dots$  genügen; ein Beweis für das Vorliegen von Raumgitterstruktur.

Element bzw. Verbindung	Zur Walzebene parallele Netzebene bzw. dazu senkrechte Gittergerade	Herstellung von Metall-Folien mit eingelagerten Einkristallen	Element bzw. Verbindung	Zur Walzebene parallele Netzebene bzw. dazu senkrechte Gittergerade	Herstellung von Metall-Folien mit eingelagerten Einkristallen
Al	(011) (112) (001) (111) (103) (114) (123) (323)	1. Al-Walzfolie in NaOH u. a. abgeätzt 2. Al-Walzfolie nach Abätzen im Vakuum kurzzeitig aufgeschmolzen und wieder erstarrt oder Al-Aufdampfschicht im Vakuum kurzzeitig aufgeschmolzen und wieder erstarrt	In	[001] [101] [111] [121] [013] [031]	In-Walzfolie in $\text{HNO}_3$ abgeätzt
Pb	(011) (111)	Pb-Aufdampfschicht im Vakuum kurzzeitig aufgeschmolzen und wieder erstarrt	Cd	[001] [121]	Cd-Walzfolie in $\text{HNO}_3$ abgeätzt
Cu	(112)	Cu-Folie elektrolytisch hergestellt und mittels $[\text{NH}_4(\text{OH}) + \text{H}_2\text{O}_2]$ oder $\text{HNO}_3$ abgeätzt	Zn	[001] [011] [111] [111] [021] [210] [122] [311]	Zn-Walzfolie in $\text{HCl}$ u. a. abgeätzt
Ni	(001) (011) (111) (112)	Ni-Folie elektrolytisch hergestellt und mittels $\text{HNO}_3$ u. a. abgeätzt	Mg	[001]	Mg-Walzfolie in $\text{HCl}$ u. a. abgeätzt
Sn*	[001] [012] [212]	1. Sn-Walzfolie in $\text{HCl}$ abgeätzt 2. Sn-Aufdampfschicht im Vakuum kurzzeitig aufgeschmolzen und wieder erstarrt	Bi	[001] [112] [211] [203] [245]	Bi-Aufdampfschicht im Vakuum kurzzeitig aufgeschmolzen und wieder erstarrt
			$\text{CuAl}_2$	[001] [111] [112] [113]	Al-Folie auf Cu-Träger im Vakuum kurzzeitig auf $T \approx 700^\circ\text{C}$ erhitzt
			$\text{Cd}(\text{OH})_2$	[001]	siehe unter Cd

\* Für die folgenden Elemente bzw. Verbindungen ist in der zweiten Spalte die zur Walzebene jeweils senkrechte Gittergerade angegeben.)

Tab. 1. Bevorzugte Lagen von Einkristallen bei Walz- und Wachstumsvorgängen.

innen rasch, nach außen dagegen langsam ab (vgl. Abb. 26a). Einen solchen Intensitätsverlauf hat v. Laue<sup>31</sup> unter bestimmten Voraussetzungen für eine völlig regellose Anordnung sehr vieler gleichartiger Flächengitter, für ein sog. „Flächengitterpulver“, gefordert. Bei dem Beugungsdiagramm der Abb. 26a hat man es mit den  $(h_1 h_2)$ -Interferenzen

<sup>31</sup> M. v. Laue, Z. Kristallogr., Mineralog. Petrogr., Abt. A **82**, 127 [1932].

<sup>32</sup> W. Feitknecht, Helv. chim. Acta **13**, 314 [1930]; Z. Kristallogr., Mineralog. Petrogr., Abt. A **84**, 173 [1932]; Helv. chim. Acta **21**, 766 [1938]; W. Büssem u. F. Küberich, Z. physik. Chem., Abt. B **17**, 310

eines solchen zweidimensionalen Kristallpulvers zu tun.

In den Metallhydroxyden  $\text{Me}(\text{OH})_2$  sind die Kationen (Metallatome) zu einer zweidimensionalen hexagonalen Schicht angeordnet, an die sich beiderseits die Hydroxylionen in unregelmäßiger Schichtbildung<sup>32</sup> anlagern. Streng genommen liegen hier

[1932]; A. Steinheil, Z. Physik **89**, 50 [1934]; W. Lotmar u. W. Feitknecht, Z. Kristallogr., Mineralog. Petrogr., Abt. A **93**, 368 [1936]; W. G. Burgers, ebd. **94**, 301 [1936]; L. H. Germer, ebd. **100**, 277 [1939]; U. Hofmann u. A. Hausdorf, ebd. **104**, 265 [1942].

Raumgitter mit Doppelschichtbildung vor; nur folgen die Schichten in der  $c_H$ -Richtung ohne periodisch regelmäßige Wiederkehr aufeinander. Man hat es hier gleichsam mit einzelnen flachen Schichtpaketen zu tun, die ungeordnet durcheinander liegen. Diese sog. hexagonalen Flächengitter ( $\alpha$ -Form der C 6-Struktur) stellen den Beginn zum Aufbau der C 6-Struktur (z. B. CdJ<sub>2</sub>) dar, in der die Metallhydroxyde Me(OH)<sub>2</sub> normalerweise kristallisieren. Die Raumgitterstruktur der Me(OH)<sub>2</sub> bildet sich, behindert durch Fremdatome, zunächst nicht aus, vielmehr entsteht vorerst ihre  $\alpha$ -Form.

bei allen hier untersuchten Elementen praktisch von gleicher Größe, obwohl die betreffenden Kationen Unterschiede in ihren Atomradien von fast 30% aufweisen ( $r_{Ni} = 1,24 \text{ \AA}$  und  $r_{Mg} = 1,60 \text{ \AA}$ ). Bei diesen Metallhydroxyden ist offenbar die Größe der Kationen von untergeordneter Bedeutung; hier bestimmen vorwiegend die OH-Ionen die Abmessungen des Elementarbereiches.

Wurden die Metalle zu sehr dünnen Folien ausgewalzt, so erhielt man bei Cu, Cd und Mg Beugungsdiagramme mit stark verbreiterten Interferenzen von Me(OH)<sub>2</sub>. Hierbei ergab sich, daß das Aus-

Me(OH) <sub>2</sub>	Lage der scharfen Interferenzen von Me(OH) <sub>2</sub> ( $\alpha$ -Form des C 6-Typus)		Lage der verbreiterten Interferenzen von Me(OH) <sub>2</sub>		$a_H$ von Me(OH) <sub>2</sub> ( $\alpha$ -Form des C 6-Typus)	Elektr. und Rtg.- Werte anderer Autoren	$a_H$ und $c_H$ von Me(OH) <sub>2</sub> (C 6-Typus)	
	$d_{100}$	$d_{110}$	$d_1$	$d_2$			in Å	$a_H$
Me = Cu	2,63	1,52	2,63	1,54	3,04	3,11*	3,12	4,60
Ni	2,64	1,53			3,06		3,24	4,47
Fe	2,67	1,54			3,08		3,49	4,69
Cd	3,06	1,77	2,94	1,74	3,53	3,36**	3,19	4,65
Zn	2,63 → 2,76	1,52 → 1,60			3,04 3,18 3,08 3,15	3,11 3,11 3,12	3,12	4,73
Mg	2,66 → 2,72	1,54 → 1,58	2,26					

Tab. 2. Periodenwerte und Kantenlängen von Me(OH)<sub>2</sub>.

\* Vgl. L. H. Germer<sup>32</sup>.

\*\* Vgl. W. Feitknecht<sup>33</sup>.

Beim Durchstrahlen geätzter Metallfolien mittels Elektronenstrahlen wird die Flächengitterform der C 6-Struktur von Me(OH)<sub>2</sub> sehr häufig beobachtet. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Tab. 2 zusammengestellt. In der zweiten Spalte sind die Werte für  $d_{100}$  und  $d_{110}$  angegeben, also für die innersten beiden Ringe. Die Lagen dieser Interferenzringe streuen mitunter recht erheblich, wobei mit wachsendem Walzgrade die Periodenwerte kleiner werden. Diese Streuung spricht für eine unvollständige Ausbildung der zweidimensionalen Mikrokristalle. In der vierten Spalte sind die erhaltenen Seitenlängen  $a_H$  für die hexagonale Flächengitterform der Me(OH)<sub>2</sub> aufgeführt und in der letzten die Kantenlängen  $a_H$  und  $c_H$  für die zugehörige Raumgitterstruktur. Die  $a_H$ -Werte der C 6-Struktur sind z. Tl. erheblich größer als die der  $\alpha$ -Form. Bei Cu kann dieser Vergleich nicht durchgeführt werden, da der entsprechende Raumgitterwert fehlt. Die Seitenlängen  $a_H$  der hexagonalen Basisflächen ( $\alpha$ -Form von Me(OH)<sub>2</sub>) sind, abgesehen von Cd(OH)<sub>2</sub>,

sehen dieser Diagramme nicht allein vom Walzgrade, sondern auch von der Natur des Ätzmittels abhängig ist. In Abb. 26 b ist ein solches Streubild von einer geätzten Cu-Walzfolie wiedergegeben. Die zugehörigen  $d$ -Werte, auch die von Cd(OH)<sub>2</sub> und Mg(OH)<sub>2</sub> sind in der dritten Spalte der Tab. 2 aufgeführt. Das Aussehen dieser Streubilder spricht sehr für das Vorliegen kleinster Flächengitter-Bereiche.

### 3. Beugung am Liniengitter

Auf eine polierte vielkristalline Cu-Fläche wurde Öl in äußerst dünner Schicht aufgetragen. Eine Reflexions-Aufnahme ergab zunächst das bekannte Beugungsdiagramm mit den zwei stark verbreiterten Interferenzringen. Nach längerem Lagern im Hochvakuum ist, wie Abb. 27 zeigt, eine Ausrichtung<sup>33</sup> der Kohlenwasserstoffketten erfolgt. Charak-

<sup>33</sup> Nach Lagern ergab jeweils die erste Aufnahme Liniengitter-Interferenzen nach Art der Abb. 27, alle weiteren lieferten dagegen zwei verwaschene Ringe.

teristisch hierfür ist das Auftreten einzelner scharfer Linien, die parallel zueinander verlaufen und z. Tl. bei schwacher Neigung das Beugungsbild durchziehen. Hier liegen offenbar Liniengitter-Interferen-

zen von gerichteten Kohlenwasserstoffketten vor. Die Auswertung nach  $J_n = (n/e_n) \lambda L$  liefert die Identitätsperioden  $J_n$  der Tab. 3, wobei  $e_n$  den Schichtlinienabstand bedeutet. Die beobachteten Periodenwerte lassen sich bekannten Atomabständen zuordnen, wie sie in den Olefinen und deren Derivaten auftreten.

In Abb. 27 ist, wie erwartet, die Interferenzlinie  $J_{c-c} = 1,54 \text{ \AA}$  am intensivsten, sie entspricht der C—C-Bindung. Offenbar sind hier die Kohlenwasserstoffketten<sup>34</sup> mit ihren freien Enden (COOH-Gruppen) an die Cu-Atome gekettet, während sie selbst senkrecht zur Oberfläche ausgerichtet sind.

Intensität geschätzt	$e_n$ [mm]	$J_n$ [\AA] Elektr.-Strahlen	Atom-bindung	$J_n$ [\AA] Röntgen-Strahlen
st.	8,7	2,30	O—OH	≈ 2,25
s. st.	12,8	1,56	C—C	1,54
st.	14,7	1,36	C—OH	≈ 1,35
st.	16,7	1,20	C=O	1,10 → 1,30
s.	18,2	1,10	C—H	1,12
s.	20,0	1,00	O—H	≈ 1,00
s. s.	27,0	0,74	H—H	0,75

Tab. 3. Aus Abb. 27 ermittelte Atomabstände.

<sup>34</sup> K. L. Wolf, Z. Ver. dtsch. Ing. **83**, 781 [1939].

## Energieniveaus von Ne<sup>21</sup>

Von GERHART v. GIERKE

Aus dem Institut für Physik im Max-Planck-Institut für medizinische Forschung, Heidelberg  
(Z. Naturforsch. **9a**, 164—166 [1954]; eingegangen am 1. Dezember 1953)

Mit der schon früher beschriebenen Apparatur<sup>1</sup> wurde auch Neon nach der Wilhelmischen Methode untersucht. Zahlreiche Niveaus des Zwischenkernes Ne<sup>21</sup> konnten im Energiebereich zwischen 8 und 13,5 MeV Anregungsenergie wahrscheinlich gemacht werden. Von einer systematischen Zunahme der Niveaudichte bei höheren Energien ist bei der erreichten Energieauflösung nichts zu bemerken, wie schon früher bei N<sup>15</sup> und O<sup>17</sup> festgestellt<sup>1</sup>.

In einer früheren Arbeit<sup>1</sup> (im folgenden als I zitiert) wurde Stickstoff und Sauerstoff nach der vervollkommenen Wilhelmischen Methode mit einer Antikoinzidenz-Ionisationskammer und einem hochauflösenden photographischen Impulsspektrographen untersucht. Da bei höheren Energien Vergleichsmöglichkeiten fehlten, bestand zunächst immer noch eine gewisse Möglichkeit, daß ein Teil der dabei gefundenen Zwischenkern-Niveaus durch eine Struktur im eingestrahlten Neutronenspektrum (Ra $\alpha$ +Be) vorgetäuscht wird. Die Gründe sind in I diskutiert. Trotzdem war es eine Beruhigung, als in einer gleichzeitig veröffentlichten Messung<sup>2</sup> des totalen Wirkungsquerschnittes von Stickstoff für monoenergetische Neutronen von 1,9—3,8 MeV die von uns gefundenen und durch eine andere Methode bisher nicht belegten

Energieniveaus von N<sup>15</sup> im wesentlichen bestätigt wurden.

In der vorliegenden Arbeit wurde auch Neon mit derselben Apparatur untersucht. Hier kommt praktisch allein die Reaktion  $\text{Ne}^{20} + n \rightarrow \text{Ne}^{21} * \rightarrow \text{O}^{17} (*) + \alpha + Q$  in Betracht<sup>3</sup>. Das Reaktionspektrum in Neon wurde schon öfters<sup>3—5</sup> nach der Wilhelmischen Methode gemessen. Aber gerade bei diesem Gas müssen sich die Vorteile der von uns verwendeten Apparatur besonders günstig auswirken. Denn bei Neon würde der Wandeffekt schon bei viel geringeren Energien als bei N<sub>2</sub> und O<sub>2</sub> das Spektrum zu verwaschen beginnen, da die Reichweite von  $\alpha$ -Strahlen in Ne das rd. 1,8-fache der Luftreichweite beträgt. Gerade der Wandeffekt aber wird bei der von uns benutzten Antikoinzidenz-Ionisationskammer<sup>6</sup> vermieden. Außerdem liegen

<sup>1</sup> G. v. Gierke, Z. Naturforschg. **8a**, 567 [1953].

<sup>2</sup> R. Meier, R. Ricamo, P. Scherrer u. W. Zünti, Helv. physica Acta **26**, 451 [1953].

<sup>3</sup> H. Gailer, Z. Physik **110**, 605 [1938].

<sup>4</sup> G. Ortner u. G. Protivinsky, Mitt. Inst. Rad.

Forschung Wien, Nr. 434, [1939]; Wiener Berichte **IIa**, 148, 349 [1939]; Physik. Z. **44**, 116 [1943].

<sup>5</sup> H. J. Zagor u. F. A. Valente, Physic. Rev. **67**, 138 [1945].

<sup>6</sup> W. Stetter u. W. Bothe, Z. Naturforschg. **6a**, 61 [1951].