

# Zur Feinstruktur von Elektroneninterferenzen

Von HORST EHLERS

Aus dem Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg  
(Z. Naturforschg. **11 a**, 368—372 [1956]; eingegangen am 2. Februar 1956)

Mit Hilfe einer Interferenzapparatur hoher Auflösung<sup>1</sup> wurde die Feinstruktur von Reflexen unter verschiedenen Bedingungen untersucht: An Glimmerblättchen wurden auf Rotationsdiagrammen die Nebenmaxima beobachtet, die sich bei einer Schichtdicke von etwa 180 Å noch gut trennen lassen. Die Reflexgröße und -form verschiedener anderer Substanzen (Al, Ge, KCl u. a.) werden mitgeteilt. Die geringe Interferenzpunktgröße von Al-Schichten wird dazu benutzt, die Vergrößerung der Gitterkonstanten durch Erwärmung zu messen. Sie beträgt zwischen 100° C und 500° C im Mittel  $\Delta d/d = 27 \cdot 10^{-6}$  (pro ° C) in Übereinstimmung mit dem linearen Ausdehnungskoeffizienten von Al.

## A. Zur Feinstruktur der Glimmerinterferenzen

### 1. „Normale“ Elektroneninterferenzen von Glimmer

Betrachten wir zunächst Experimente an dünnen, völlig ebenen Glimmerfolien. Durchstrahlt man solche in Normalenrichtung zur Spaltfläche, so erhält man das bekannte Interferenzdiagramm, welches in der näheren Umgebung des Primärflecks nur ( $hk0$ )-Reflexe (nullte Ordnung) aufweist. Die Punktanordnung entspricht der in der  $a^*b^*$ -Ebene des reziproken Gitters (s. Anhang).

Dreht man nun die Folie während der photographischen Aufnahme um eine Achse, die senkrecht zur Strahlrichtung und zur Foliennormalen steht, so treten außerdem die Reflexe ( $hkl$ ) mit  $l \neq 0$  auf, deren Lage von derjenigen der ( $hk0$ )-Reflexe etwas abweicht, und zwar liegt so eine Punktfolge, die zu gleichem  $h$  und  $k$  (aber verschiedenem  $l$ ) gehört, auf einer Kurve. Im allgemeinen ist das eine Hyperbel (s. Abb. 1 \*), die unter bestimmten Bedingungen zu einer Geraden entarten kann. Entsprechende Interferenzdiagramme entstehen ebenfalls bei anderer Lage der Drehachse (vgl. Anhang).

Interferenzbilder ähnlicher Art wurden aber auch ohne Drehen des Präparates gefunden<sup>2,3</sup>. Sie stammen von gekrümmten Folien her. Diese bieten dem Elektronenstrahl schon selbst die verschiedenen Einstrahlrichtungen dar, die für das Auftreten der Punktgruppen erforderlich sind. Mit dem Vergleich der Aufnahmen von gedrehten und gekrümmten Folien beschäftigen sich die Arbeiten.

Bezüglich der Lage der Interferenzen wies RUMSCH<sup>4</sup> darauf hin, daß die Krümmung der Folie die Atomabstände im Glimmerkristall ändern und damit eine Verschiebung der Interferenzen gegenüber der normalen Lage verursachen könnte. In diesem Fall wäre die Verwendung des normalen reziproken Gitters als einfaches Hilfsmittel zur Analyse der Interferenzbilder nicht möglich. Zur relativen Intensität der Interferenzen, die bei gleichmäßiger Drehung einer ebenen Folie erhalten werden, ist zu bemerken, daß sie der nach der geometrischen Theorie zu erwartenden entspricht. Bei gekrümmten Folien können nach Rechnungen von FOCK und KOLPINSKI sowie nach Experimenten von RUMSCH Abweichungen auftreten.

### 2. Feinstruktur der Elektroneninterferenzen von Glimmer

Mit der früher<sup>1</sup> beschriebenen Elektroneninterferenzapparatur wurden von uns nun Aufnahmen von Glimmer erhalten, bei denen zwischen den im vorigen Abschnitt beschriebenen ( $hkl$ )-Reflexen weitere Interferenzpunkte liegen. Ihre Intensität, die wesentlich geringer als die der ( $hkl$ )-Reflexe ist, sowie ihre Anordnung deuten darauf hin, daß es sich bei ihnen um Nebenmaxima handelt. Die Abb. 2, welche diesen Sachverhalt wiedergibt, wurde durch Drehen einer ebenen Glimmerfolie um eine Achse senkrecht zur Strahlrichtung während der photographischen Exposition erhalten.

Wir übersehen die Umstände am besten an Hand

<sup>1</sup> H. EHLERS, Z. Naturforschg. **11 a**, 359—367 [1956], voranstehende Arbeit.

\* Abb. 1—6 auf Tafel S. 368 a und b.

<sup>2</sup> G. I. FINCH u. H. WILMAN, Trans. Faraday Soc. **32**, 1539 [1936].

<sup>3</sup> B. FOCK u. B. KOLPINSKI, J. Exp. Theor. Phys., USSR **10**, 211 [1940].

<sup>4</sup> M. A. RUMSCH, J. Tech. Phys., USSR **18**, 289 [1948].



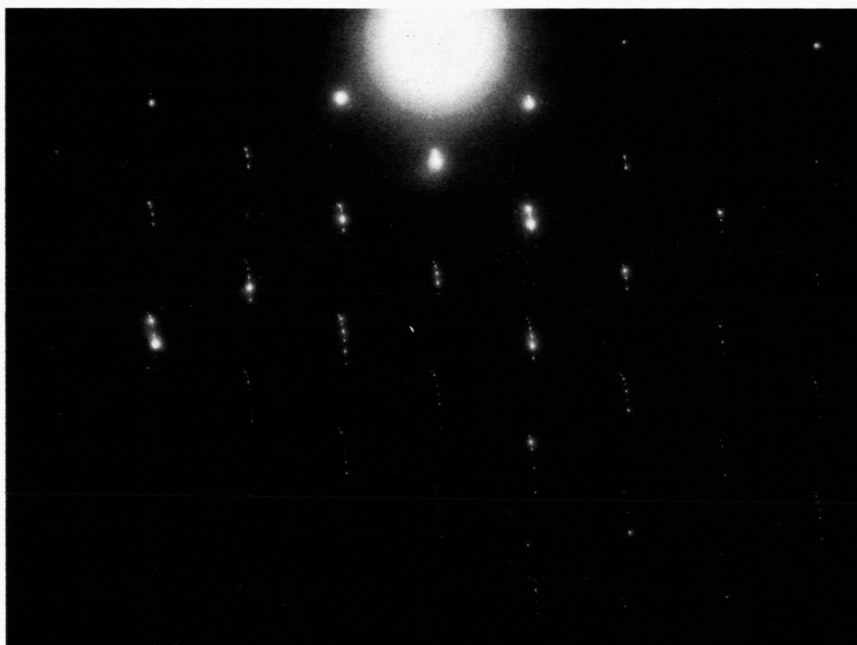


Abb. 1. Interferenzbild, das durch Drehen einer ebenen Glimmerfolie um eine Achse senkrecht zur Strahlrichtung während der photographischen Exposition erhalten wurde.

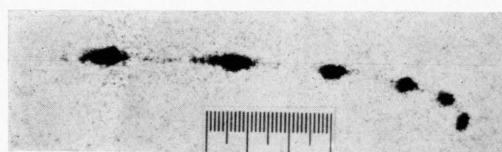
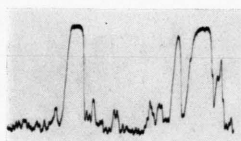
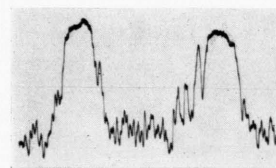


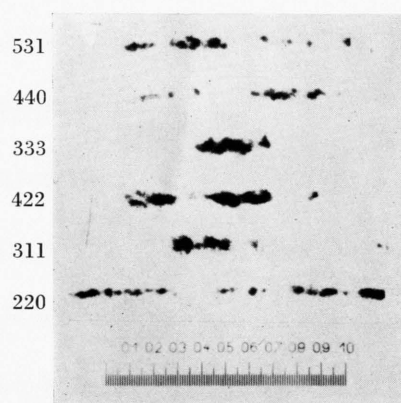
Abb. 2. a) Ausschnitt aus Abb. 1 mit einer Anzahl Haupt- und Nebenmaxima, die auf einer Hyperbel angeordnet sind.



b) Photometerkurve auf Haupt- und Nebenmaxima aus Abb. 2 a.

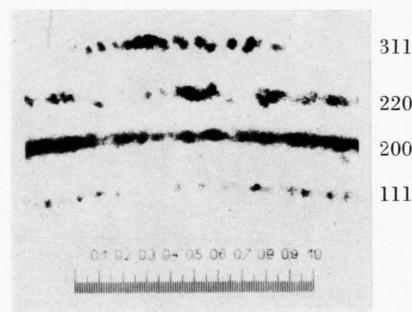


c) Photometerkurve mit Haupt- und Nebenmaxima einer anderen Hyperbel aus Abb. 1.



a) Al-Schicht, die bei  $300^{\circ}\text{C}$  auf die Spaltfläche von NaCl aufgedampft, abgelöst und auf ein Lectromesh-Netz gebracht wurde.

Abb. 3. Ausschnitte aus DEBYE-SCHERRER-Ringen von Al und KCl. Die Ringteile sind verschiedenen Azimuten entnommen und ohne Einhaltung der natürlichen Abstände reproduziert. Strahlspannung 50 kV. Belichtungszeit 10 sec. Strichabstand der Skala  $10\ \mu$ . Abstand vom Objekt etwa 28 cm. Die Differenzen der Ringradien gleicher Indizierung entsprechen einem mittleren  $\Delta d/d = 2 \cdot 10^{-3}$  beim Aluminium und  $\Delta d/d = 4 \cdot 10^{-3}$  bei Kaliumchlorid.



b) KCl-Schicht, die bei Zimmertemperatur auf ein Lectromesh-Netz mit Kollodium-Folie aufgedampft wurde.



Abb. 4. Interferenzen einer Germaniumschicht, die bei Zimmertemperatur auf eine Steinsalzspaltfläche aufgedampft und abgelöst wurde. Die durchstrahlten Kristallite waren vorher von einem Elektronenstrahl aufgeheizt worden.

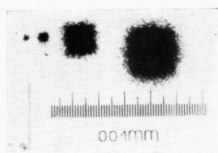
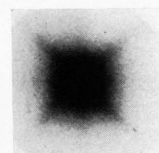
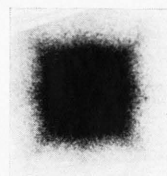


Abb. 5. Primärflecke der Interferenzen von einkristallinen AlAg- und Fe-Schichten. Strichabstand der Skala  $10\ \mu$ . Abstand vom Objekt etwa 28 cm.

a) AlAg-Legierung, die bei  $450^\circ\text{C}$  auf eine NaCl-Spaltfläche aufgedampft wurde. Die Aufnahmen erfolgten mit verschiedener Belichtungszeit, die in allen Fällen unter 1 sec. lag.



b) Primärflecke von Fe, das bei  $450^\circ\text{C}$  auf eine NaCl-Spaltfläche aufgedampft und später abgelöst und auf ein Netz gebracht wurde. Die 100-Richtung der Fe-Schicht ist parallel zu der einen Seite des quadratischen Primärfleckes. Der größere der beiden Flecke hat einen Durchmesser von  $400\ \mu$  und der kleinere von  $300\ \mu$ .

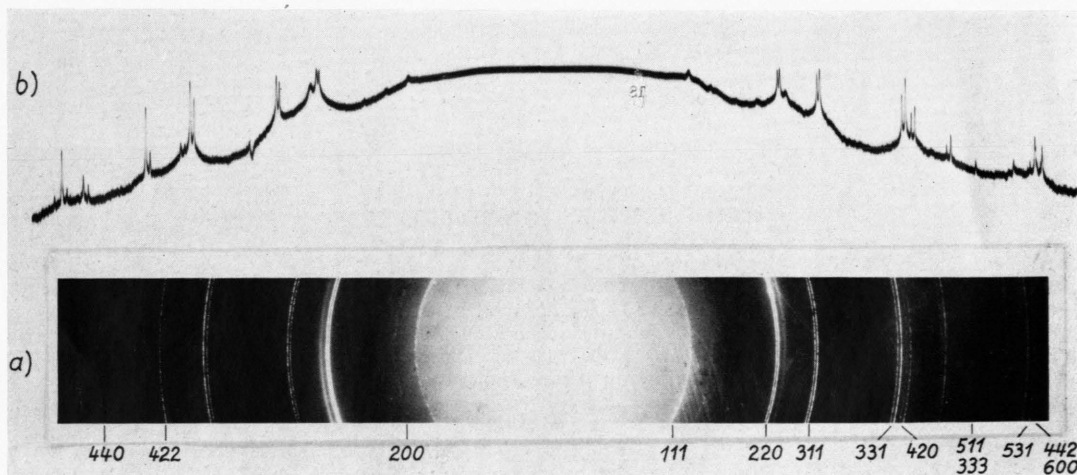


Abb. 6. a) Interferenzen zu einer Al-Schicht, deren Temperatur etwa  $170^\circ\text{C}$  bzw.  $513^\circ\text{C}$  betrug. b) Photometerkurve der Abb. 6 a.

des reziproken Gitters. Dabei ist für uns der folgende Satz von Bedeutung:

Dreht man das reziproke Gitter um irgendeine Achse, die durch seinen Nullpunkt geht, so beschreibt der Schnittpunkt jeder Gittergeraden mit einer beliebigen aber festen Ebene durch die Drehachse eine Hyperbel.

*Beweis:* Es sei  $u_0$  der Einheitsvektor in Richtung der Drehachse,  $t_0$  der Einheitsvektor in Richtung der Gittergeraden,  $\mathfrak{R}$  der Vektor, dessen Richtung durch die Gleichungen  $(\mathfrak{R}, u_0) = 0$  und  $(\mathfrak{R}, t_0) = 0$  definiert ist und dessen Länge der kürzesten Entfernung zwischen Drehachse und Gittergeraden entspricht (Lot zwischen Drehachse und Gittergeraden). Den Fußpunkt des Lotes auf der Drehachse wählen wir als Bezugspunkt; dann ist der Vektor zu einem beliebigen Ort der Gittergeraden gegeben durch

$$r = \mathfrak{R} + t_0 t$$

oder, wenn man  $r$  in Komponenten parallel ( $r_u$ ) und senkrecht ( $\bar{r}$ ) zu  $u_0$  zerlegt,

$$r = \bar{r} + r_u = \bar{r} + (r, u_0) u_0 = \bar{r} + t(t_0, u_0) u_0,$$

also

$$\bar{r} = r - t(t_0, u_0) u_0 = \mathfrak{R} + t[u_0(t_0, u_0)],$$

wobei

$$\bar{r}^2 = R^2 + t^2 \cos^2 \delta, \quad (t_0, u_0) = \sin \delta.$$

Einführen von  $r_u$  durch Elimination von  $t$  führt, wenn  $R \neq 0$ , zu

$$\frac{\bar{r}^2}{R^2} - 1 = \frac{t^2}{R^2} \frac{\sin^2 \delta}{\sin^2 \delta} \cos^2 \delta = \frac{r_u^2}{R^2 \operatorname{tg}^2 \delta}$$

oder

$$\frac{\bar{r}^2}{R^2} - \frac{r_u^2}{R^2 \operatorname{tg}^2 \delta} = 1,$$

wie zu beweisen war.

Die Gleichung der Hyperbel mit den Halbachsen  $R$  und  $R \operatorname{tg} \delta$  ist in  $|\bar{r}|, |r_u|$ -Koordinaten geschrieben. Die Asymptoten bilden mit der  $\bar{r}$ -Achse den Winkel  $\delta$ , der ja nach Definition die Neigung der Gittergeraden zur Drehachse mißt.

Wir wollen noch einige Spezialfälle hervorheben. Im Fall  $\delta = 0$ , d. h.  $t_0$  senkrecht  $u_0$ , entartet die Hyperbel zu einer Halbgeraden senkrecht  $u_0$ , deren achsennächster Punkt bei  $|\bar{r}| = R$  liegt. Im Fall  $\delta = 90^\circ$ , also  $t_0$  parallel  $u_0$ , erhält man Geraden parallel  $u_0$ . Sodann ist der oben ausgeschlossene Fall  $R = 0$  zu untersuchen. Für ihn gilt

$$|\bar{r}| = |r_u| \cotg \delta.$$

Das sind Geraden in  $|\bar{r}|$  und  $|r_u|$ .

Die Gittergeraden im reziproken Gitter sind in regelmäßigen Abständen mit „Punkten“ (genauer „Intensitätsbereichen“) besetzt, deren Koordinaten

durch den Vektor  $r(t_u)$  festgelegt sind. Eine entsprechende Besetzung erscheint auf den Hyperbeln, und zwar an den Orten

$$\{|\bar{r}|(t_u), |r_u|(t_u)\}. \quad (1)$$

Damit haben wir das Wesentliche für die Auswertung der Interferenzdiagramme beisammen; denn wenn wir unsere Ebene durch die Drehachse mit der EWALDSchen Ausbreitungskugel identifizieren, was man wegen des großen Radius tun darf, so geben uns die Koordinaten (1) die relative Lage der Interferenzpunkte auf der registrierenden Photoplate an.

Kommen wir nun zu unseren Experimenten zurück. Die Folie wurde so befestigt, daß die Drehachse in der Folienebene lag (so gut es sich ohne übertriebenen Aufwand ermöglichen ließ). Das bedeutet vom reziproken Gitter her gesehen, daß die Drehachse etwa in der  $a^*b^*$ -Ebene lag. Uns interessieren nun speziell die  $(hkl)$ -Reflexe, die zu festem  $h$  und  $k$  gehören; die ihnen zugeordneten Punkte im reziproken Gitter liegen auf Geraden in  $c^*$ -Achsen-Richtung. Diese bildet mit der  $u_0$ -Achse je nach deren Orientierung in der  $a^*b^*$ -Ebene einen Winkel  $90^\circ - \delta$ , wo  $\delta$  etwa zwischen  $0^\circ$  und  $10^\circ$  beträgt. Die gesuchten  $(hkl)$ -Reflexe befinden sich im Diagramm also auf Hyperbeln mit entsprechend doppelt so großem Winkel zwischen den Asymptoten. Eine solche Hyperbel ist in Abb. 2 zu sehen. Jede Hyperbel gehört zu einem festen Index  $h$  und  $k$ , während sich die intensitätsstarken Reflexe einer solchen Hyperbel, wie ein genaueres Ausmessen zeigt, durch verschiedenen Index unterscheiden.

Die Aufnahmen zeigen nun weiterhin Reflexe wesentlich geringerer Intensität, die in gleichmäßigen Abständen den Raum zwischen zwei auf einer Hyperbel benachbarten  $(hkl)$ -Punkten einnehmen. Wir können sie als sogenannte Nebenmaxima der  $(hkl)$ -Reflexe deuten. Die Abstände zwischen zwei solchen Nebenmaxima sind so gering, daß eine Trennung nur in Feinstrahlapparaturen gelingt. Dies mag der Grund dafür sein, daß man sie bisher nicht fand, obwohl Glimmer schon sehr häufig mit Elektroneninterferenzen untersucht wurde.

Zur Veranschaulichung des Auftretens der Nebenmaxima läßt sich wieder das reziproke Gitter heranziehen. Dessen „Gitterpunkte“ sind ja genau genommen keine Punkte, sondern „Intensitätsbereiche“, deren Form bekanntlich durch die Kristallbegrenzung bestimmt wird, d. h. also durch dessen Beugungsbild.

Besitzt nämlich der Kristall in einer bestimmten Richtung die Dicke  $D$ , so hat der Intensitätsbereich im reziproken Gitter in der gleichen Richtung Nebenmaxima von etwa  $1/D$ . Sie lassen sich daher um so besser trennen, je kleiner  $D$  ist. Bei den Glimmerfolien ist  $D$  in zwei Richtungen, nämlich in der  $a^*b^*$ -Ebene, groß, hingegen in Richtung senkrecht dazu sehr klein. Entsprechend sind die Abstände der Nebenmaxima im reziproken Gitter in der  $a^*b^*$ -Ebene klein, in Richtung senkrecht dazu jedoch groß. Wir haben nun also bei jedem  $(hkl)$ -Punkt des reziproken Gitters „Nebenpunkte“ in Abständen von etwa

$$\pm \frac{3}{2} \frac{1}{D}, \pm \frac{5}{2} \frac{1}{D}, \dots$$

von dem  $(hkl)$ -Punkt in Richtung senkrecht zu  $a^*b^*$  zu denken. Bei der Drehung des Kristalls erscheinen diese auf Hyperbel-Stückchen, die jeweils durch den dazugehörigen  $(hkl)$ -Reflex gehen.

Der beschriebene Zusammenhang zwischen der Schichtdicke  $D$  und den Abständen der Nebenmaxima kann zu einer Abschätzung der Schichtdicke verwendet werden. Wegen der Kleinheit des Winkels  $\beta$  können wir näherungsweise setzen  $D = Nc$ , wo  $c$  die Gitterkonstante und  $N$  die Zahl der Elementarzellen in  $c$ -Richtung ist. Der Abstand benachbarter Nebenmaxima beträgt dann (siehe oben) im reziproken Gitter in erster Näherung ohne Berücksichtigung der dynamischen Theorie  $1/D = 1/Nc$ , d. h. den  $N$ -ten Teil des Abstandes zweier  $(hkl)$ -Reflexe („Hauptmaxima“) mit gleichem  $h$ ,  $k$  und benachbartem  $l$  ( $\Delta l = 1$ ). Entsprechendes gilt im Interferenzdiagramm. Die Auswertung der in Abb. 1 gezeigten Aufnahme ergibt  $D \approx 180 \text{ \AA}$ .

## B. Zur Lage, Größe und Form von Elektroneninterferenzpunkten

Hier soll über einige Beobachtungen mit der hochauflösenden Interferenzapparatur an LAUE-Punkten und DEBYE-SCHERRER-Ringen berichtet werden. Bei allen Aufnahmen wurde der Strahlengang mit kleinstem Brennfleckbild in der Beobachtungsebene  $T$  (Durchmesser  $\approx 1 \mu$ ) gewählt, so daß wir bei der Auswertung die Gültigkeit der Beziehung (2) der vorhergehenden Arbeit<sup>1</sup> annehmen können.

### 1. Zur Lage der Interferenzpunkte

Nach Aussage der Interferenztheorie sollen bei Kristalliten einheitlicher Gitterstruktur die Interferenzen jeder Indexgruppe  $(hkl)$  auf Kreisen um

den Primärfleck liegen. Je nach Zahl und Orientierung der Kristallite im Elektronenstrahl sind die Kreise mit Reflexen besetzt.

Abb. 3 zeigt beispielsweise ausgewählte Ausschnitte aus Interferenzaufnahmen von polykristallinem Aluminium und Kaliumchlorid, bei denen die Ringe in einzelne Punkte aufgelöst sind. Es fällt auf, daß die Punkte gleicher Indizierung nicht auf Kreisen mit genau gleichem Durchmesser liegen. Sie schwanken im Mittel bei der Aluminium-Aufnahme um  $\Delta d/d \approx 2 \cdot 10^{-3}$ , bei der Kaliumchlorid-Aufnahme um  $\Delta d/d \approx 4 \cdot 10^{-3}$ . Zur Herstellung der Schichten wurde chemisch reines Aluminium bzw. Kaliumchlorid von Tantalschiffchen verdampft und auf Steinsalzspaltflächen bzw. Lectromesh-Netzen mit Kollodiumauflage niedergeschlagen\*.

Ein weiteres Beispiel für das Auftreten von Feinstrukturen liefert Abb. 4, auf der Interferenzen einer bei Zimmertemperatur auf eine Steinsalzfläche aufgedampften und vom Elektronenstrahl aufgeheizten Germaniumschicht [Kristallstruktur: Zwei ineinandergestellte kubische flächenzentrierte Gitter mit den Anfangspunkten  $(0, 0, 0)$  und  $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$ ] zu sehen sind. Zu beachten ist hier neben dem unterschiedlichen Beugungswinkel gleichindizierter Interferenzen die eigenartige Form mancher Reflexe.

### 2. Zur Größe der Interferenzpunkte

Nach den in unserer Apparatur gegebenen Voraussetzungen ist der mittlere Reflexdurchmesser  $\varrho$  in erster Näherung durch die Kristallitgröße nach der Gleichung  $\varrho = \lambda/L_K \cdot R$  bestimmt. In Abb. 3a und b hat die Reflexgröße für alle Indizes Werte, die zwischen 10 und 30  $\mu$  statistisch verteilt sind. Sie ist also unabhängig von  $\vartheta$ , wie dies bei einer Deutung der Reflexform als Beugungfigur der endlichen Kristallitbegrenzung notwendig ist. Einem mittleren Reflexdurchmesser  $\varrho = 20 \mu$  entspricht bei einer Wellenlänge  $\lambda = 5 \cdot 10^{-10} \text{ cm}$  und  $R = 30 \text{ cm}$  eine mittlere Kristallitgröße von 750  $\text{\AA}$ . Die Kristallite sind also in diesem Fall so groß, daß zur genauen theoretischen Auswertung der Aufnahmen die dynamische Interferenztheorie herangezogen werden muß.

Von den bisher von uns untersuchten Substanzen besaßen Al (polykristallin, bei Temperaturen oberhalb von 350° auf Steinsalzflächen aufgedampft), Ge (polykristallin, bei Zimmertemperatur auf Stein-

\* An m. b. d. K o r r.: Die Ursache dieser Erscheinung wurde inzwischen genauer untersucht; K. MEYERHOFF wird darüber in einer späteren Arbeit berichten.

salzspaltflächen aufgedampft und vom Elektronenstrahl aufgeheizt), NaCl (polykristallin, durchstrahlte Kristallite, die auf der reflektierenden Spaltfläche lagen), Glimmer (einkristallin, zu dünnen Folien gespalten) eine maximale Kristallitgröße, die einer Interferenzfleck-Größe von mindestens 5 bis  $10\ \mu$  entspricht. Fleckgrößen zwischen  $20\ \mu$  und  $50\ \mu$  zeigten Al (polykristallin, bei Zimmertemperatur auf Steinsalzflächen aufgedampft), AlAg-Legierung (einkristallin, bei  $440^\circ\text{C}$  auf Steinsalzspaltflächen aufgedampft, 38 Gew.-% Ag), Fe (einkristallin, bei  $450^\circ\text{C}$  auf Steinsalzspaltflächen aufgedampft), Ni (einkristallin, auf Steinsalzspaltflächen aufgedampft). Die Reflexgröße von einkristallinem Ag, das bei etwa  $200^\circ\text{C}$  auf Steinsalzspaltflächen aufgedampft wurde, unterschritt bei Reflexionsaufnahmen nicht den Wert von etwa  $150\ \mu$ .

### 3. Zur Form der Interferenzpunkte

Im allgemeinen sind die Reflexe annähernd rund (vgl. Abb. 3 a und b), doch treten bisweilen Interferenzmaxima charakteristischer Form auf, so z. B. bei der Durchstrahlung dünner, durch Aufdampfen auf Steinsalzspaltflächen (von  $440^\circ\text{C}$ ) hergestellter Einkristallschichten einer Aluminium-Silber-Legierung mit 38 Gew.-% Ag<sup>5</sup>. Hier ist der (200)-Reflex quadratisch, während (400)- und (600)-Reflex rechteckig sind, wobei jeweils die Kanten dieser Reflexe parallel zur (100)-Richtung der Al-Ag-Schicht stehen.

Charakteristische Form besitzt auch gelegentlich der Primärfleck, wie das Beispiel der einkristallinen AlAg-Legierung zeigt, deren Primärfleck in Abb. 5 a für verschiedene Belichtungszeiten erscheint. An den Aufnahmen erkennt man überdies, daß bis zu einem gewissen Maß die Überstrahlung keinen Einfluß auf die Reflexform hat. Beim kleinsten Reflex mit seiner geringen Ausdehnung beeinflusst die Körnigkeit der photographischen Platte stark die Form. Als weiteres Beispiel zeigt Abb. 5 b Aufnahmen des Primärflecks einer einkristallinen Eisenfolie. Seine Form ist auffallend quadratisch, die Ecken sind charakteristisch ausgezogen.

Eine eindeutige theoretische Erklärung steht mangels genügender Unterlagen noch aus.

<sup>5</sup> H. GÖTTSCHE, Z. Phys. **134**, 504 [1953]. — A. WINKELMANN, Z. angew. Phys. **7**, 7 [1955].

<sup>6</sup> F. KOHLRAUSCH, Praktische Physik, Teubner-Verlag, 19. Aufl. Leipzig 1953, S. 546.

### C. Über den Einfluß der Objekt-Temperatur auf die Elektroneninterferenzen

Nach der BRAGGSchen Gleichung bewirkt eine relative Gitterkonstantenänderung  $\Delta d/d$  des Objektes eine relative Interferenzverlagerung um  $\Delta\vartheta/\vartheta = \Delta d/d$ . Eine solche kann durch Temperaturänderung des Objektes hervorgerufen werden: Für Aluminium hat man beispielsweise im Bereich zwischen  $0^\circ\text{C}$  und  $100^\circ\text{C}$  den Ausdehnungskoeffizienten

$$\Delta l/l = 23 \cdot 10^{-6} \text{ pro Grad } ^\circ\text{C}.$$

Zwei Aufnahmen eines Objektes bei verschiedener Temperatur sollten sich also durch verschiedene Lage der Interferenzen unterscheiden. Das ist am deutlichsten erkennbar, wenn sich beide Aufnahmen auf einer einzigen Photoplatte befinden und die verschobenen Interferenzen getrennt sichtbar gemacht werden. Die Beschränkung auf Temperaturdifferenzen von wenigen  $10^\circ\text{C}$  erfordert möglichst hohe Auflösung der Interferenzen, also eine Apparatur hohen Leistungsvermögens.

#### 1. Versuchsanordnung und Präparate

Die Versuche wurden so durchgeführt, daß von einem aus möglichst großen Kristalliten bestehenden Präparat nacheinander bei 2 verschiedenen Temperaturen Interferenzaufnahmen auf einer Photoplatte gemacht wurden. Zu dem Zweck befand sich das Präparat während der Untersuchung in einem elektrisch geheizten Ofen, dessen Temperatur zwischen den beiden Interferenzaufnahmen geändert wurde. Die Temperatur wurde mit einem Thermoelement gemessen, dessen eine Lötstelle sich in der Nähe der Schicht befand.

Als Objekte zur Untersuchung in Durchstrahlung fanden dünne polykristalline Aluminium-Schichten Verwendung, die durch Aufdampfen auf Steinsalzspaltflächen bei Zimmertemperatur hergestellt und nach Ablösen über die einige Zehntel Millimeter großen Öffnungen von selbstgefertigten Kupferblechen gelegt wurden. Durch kurzes Tempern bei etwa  $400^\circ\text{C}$  vergrößern sich die Kristallite bedeutend, Interferenzfleckgröße im Mittel  $20\ \mu$ . Um trotz geringer nicht zu vermeidender Verschiebungen des Objektes bei der Temperaturänderung gut vergleichbare konzentrische DEBYE-SCHERRER-Ringe zu erhalten, war auf das Fehlen störender Faserstruktur und gleichmäßige Beschaffenheit der Schichten zu achten.

Grundlegende Voraussetzung für die Messung ist, daß beide Interferenzaufnahmen, abgesehen von der

Temperaturänderung des Objektes, unter gleichen Bedingungen stattfinden. Diese lassen sich aber nur durch Vermeidung jeglicher Änderungen beim Betrieb der Apparatur in der Zeit zwischen den beiden Aufnahmen schaffen, d. h. vom Beginn der ersten bis zum Schluß der zweiten Aufnahme müssen die in der vorhergehenden Arbeit<sup>1</sup> (Abschnitt B), aufgeführten Fehlerscheibchen hinreichend klein sein. Dies betrifft insbesondere die Beschleunigungsspannung der Elektronen. Es kommt hier ein Zeitraum von einigen Minuten (bis zu 30 Minuten) in Betracht. Das Wesentliche zur Konstanz der Beschleunigungsspannung bei der benutzten Anlage wurde bereits früher<sup>1</sup> (Abschnitt C) gesagt. Zur weiteren Prüfung der Konstanz der Bedingungen während der in Frage kommenden Zeiten registrierten wir wiederholt zwei Interferenzaufnahmen der gleichen Schicht ohne Temperaturänderung mit dem Ergebnis, daß sich die auf diese Weise doppelt belichteten Platten von den einfach belichteten nicht unterscheiden, die Bedingungen demnach hinreichend konstant sind.

## 2. Versuchsergebnisse

Um die Wirkung an allen auftretenden DEBYE-SCHERRER-Ringen deutlich zu erkennen, wurden relativ große Temperaturänderungen vorgenommen. In Tab. 1 sind die bisher durchgeführten Messungen zusammengefaßt. Die relative Lageänderung der Elektroneninterferenzen pro °C  $\Delta\theta/\theta \cdot \Delta T$ , deren Mittelwert nach den gemessenen Tabellenwerten  $26,9 \pm 0,5$  beträgt, stimmt annähernd mit dem Wert des Ausdehnungskoeffizienten überein. Über die Ursache der Abweichung kann keine sichere Angabe gemacht werden, da keine anderen Messungen in dem betrachteten Temperaturbereich vorliegen.

Abb. 6 gibt einen Ausschnitt aus dem unter den in Tab. 1, Zeile 3 aufgeführten Bedingungen auf-

genommenen Interferenzbild in etwa vierfacher Vergrößerung wieder; Abb. 6b ist die zugehörige Photometerkurve. Man sieht, daß in unserem Fall wesentlich geringere Temperaturdifferenzen (als  $343^\circ\text{C}$ ) nachgewiesen werden können (bei einer Ringbreite von  $20\mu$  bis zu  $50^\circ\text{C}$  herab).

Ein Vergleich der Intensitäten der durch Temperaturänderung verlagerten Interferenzen, der gleiche Belichtung der beiden Aufnahmen voraussetzt, zeigt, daß die bei der jeweils niedrigeren Objekttemperatur hergestellten Interferenzen eine höhere Intensität besitzen (vergleiche auch Abb. 6a und 6b).

## Anhang

### Kristallstruktur des Glimmers

Kristallographisch gehört der Glimmer zum Typ des monoklinen Gitters, und zwar bestehen zwischen den Achsen der Elementarzelle  $a, b, c$  die Beziehungen

$$(a, b) = 0, \quad (b, c) = 0, \quad (a, c) = \cos \beta \neq 0, \quad \left| \frac{b}{a} \right| = \sqrt{3}.$$

Die Bedeutung dieser Gleichungen wird sofort klar, wenn man von der Vorstellung ausgeht, daß das Gitter im Falle  $\cos \beta = 0$  hexagonal wäre. Je nach Herkunft des Glimmers ist

$$|a| \approx 5,2 \text{ \AA}, \quad |b| \approx 9,0 \text{ \AA}, \quad |c| \approx 20 \text{ \AA}, \quad \beta = 100^\circ.$$

Für die Netzebenenabstände ergibt sich<sup>3</sup>

$$\frac{1}{d_{h,k,l}} = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 \frac{1}{3} \sin^2 \beta + l^2 (a/c)^2 - 2 h l (a/c) \cos \beta}}{a \sin \beta},$$

Die Deutung der Interferenzaufnahmen wird erheblich erleichtert durch Betrachtungen am reziproken Gitter. Sein Aufbau soll daher für diesen Fall angegeben werden. Auf Grund der Definitions-Gleichungen für die Achsen und Winkel im reziproken Gitter  $a^*, b^*, c^*$  ergibt sich

$$|a^*| = \frac{1}{|a| \sin \beta}, \quad |b^*| = \frac{1}{|b|}, \quad |c^*| = \frac{1}{|c| \sin \beta}$$

$$\beta^* = 180^\circ - \beta.$$

Das reziproke Gitter gehört somit ebenfalls zum monoklinen Typ. Hier gilt nun aber

$$\left| \frac{a^*}{b^*} \right| = \frac{\sqrt{3}}{\sin \beta}.$$

Das bedeutet, in der  $a^* b^*$ -Ebene herrscht nicht mehr 6-zählige Symmetrie (wie das beim Grundgitter zutrifft).

Herrn Professor Dr. H. RAETHER danke ich für die Anregung zu dieser Arbeit und deren stete Förderung. Ferner gilt mein Dank den Herren Dr. J. GÖTTSCHE und Dipl.-Phys. A. WINKELMANN für die Herstellung von Aufdampfschichten.

Anfangs-temp. °C	Endtemp. °C	Temperatur-Differenz $\Delta T$ °C	$\frac{\Delta \theta}{\theta} = \frac{\Delta d}{d}$	$\frac{\Delta \theta}{\theta} \frac{1}{\Delta T} = \frac{\Delta d}{d} \frac{1}{\Delta T}$
95	322	227	$6 \cdot 10^{-3}$	$26,5 \cdot 10^{-6}$
155	290	135	$3,8 \cdot 10^{-3}$	$28 \cdot 10^{-6}$
170	513	343	$9,8 \cdot 10^{-3}$	$28,5 \cdot 10^{-6}$
123	325	202	$5,6 \cdot 10^{-3}$	$28 \cdot 10^{-6}$
155	343	188	$4,9 \cdot 10^{-3}$	$26 \cdot 10^{-6}$
184	407	223	$6 \cdot 10^{-3}$	$26,0 \cdot 10^{-6}$
148	416	268	$6,6 \cdot 10^{-3}$	$25 \cdot 10^{-6}$

Tab. 1. Übersicht über die durchgeführten Versuche zur Bestimmung der Lageänderung der Elektroneninterferenzen als Folge einer Temperaturänderung des Objektes.



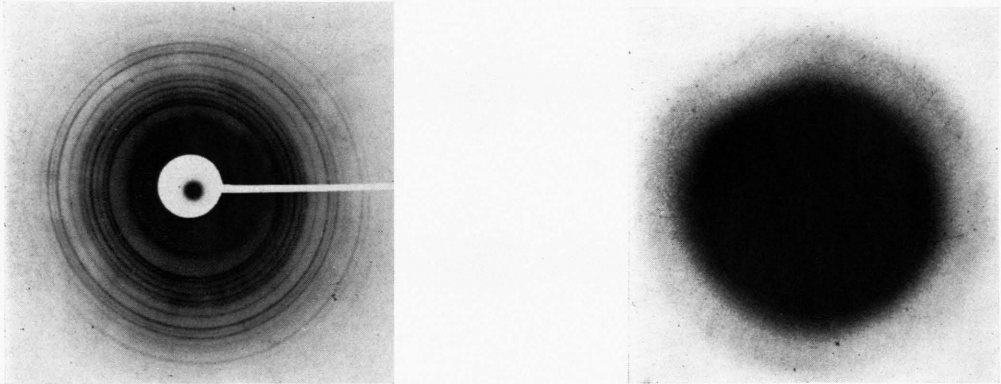


Abb. 1. Elektronenbeugungsaufnahmen einer dünnen hexagonal kristallisierten (links) und einer amorphen (rechts) Se-Folie (50 kV,  $d_w = 320 \text{ \AA}$ ).



Abb. 2. Elektronenmikroskopische Aufnahme einer kristallinen (links) und einer amorphen (rechts) Se-Schicht, auf Formwar aufgedampft (Dunkelfeldbeleuchtung, Vergr.  $5000\times 2$ ,  $d_w = 320 \text{ \AA}$ ).