

radius R ist. Die in einer früheren Arbeit⁶ beschriebene Messung der Aktivierungsstörung von Indiumfolien in Paraffin zeigte, daß im Bereich $R/\lambda_t = 2$ bis 3 die gemessenen Werte um etwa 30% über denen der elementaren Diffusionstheorie liegen.

Eine transporttheoretische Rechnung für den Fall der endlichen Scheibensonde ist sehr aufwendig,

da dann neben 2 Ortskoordinaten auch 2 Winkelvariable auftreten, d. h. das Neutronenfeld in Sonnenähnlichkeit nicht mehr rotationssymmetrisch ist.

Herrn Prof. WIRTZ danke ich für seine wohlwollende Unterstützung.

⁶ H. MEISTER, Z. Naturforschg. **10a**, 669 [1955].

Röntgen-Wellenfelder in großen Kalkspatkristallen und die Wirkung einer Deformation

Von G. BORRMANN und G. HILDEBRANDT

Aus dem Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Berlin-Dahlem
(Z. Naturforschg. **11a**, 585—587 [1956]; eingegangen am 4. Mai 1956)

Die dem Idealkristall eigentümliche übernormale Durchlässigkeit für RÖNTGEN-Strahlen, welche die v. LAUE-BRAGGSche Interferenzbedingung erfüllen, zeigt sich auch an 3 cm dickem Kalkspat noch sehr deutlich. Störung des Kristallgitters vermöge eines Temperaturgradienten läßt die Reflexe rasch an Stärke verlieren.

Kristallexemplare hoher Wachstumsgüte vermögen interferierende RÖNTGEN-Strahlen um viele Größenordnungen stärker durchzulassen als der normalen Absorption entsprechen würde¹. Hieraus folgt, daß die Intensität der im Interferenzfall durchgehenden Strahlung empfindlich abnehmen muß, wenn das „ideale“ Gitter durch äußere Eingriffe gestört wird. Wir berichten kurz über den größten von uns bisher gefundenen Unterschied zwischen normaler Durchlässigkeit und Durchlässigkeit im Fall der Interferenz und beschreiben die Wirkung des, experimentell gesehen, wohl einfachsten Eingriffs.

In Abb. 1 ist ein von Spaltflächen begrenzter Kalkspatkristall mit den Kantenlängen 3½, 7 und 7 cm im Schnitt dargestellt. Die zur Spaltfläche parallele Netzebene erfüllt die Interferenzbedingung für die von der Röhre kommende Molybdän-Kα-Strahlung ($\lambda = 0,7 \text{ \AA}$) in erster Ordnung. Die normale Durchlässigkeit, in Richtung senkrecht zur Oberfläche definiert, berechnet sich zu $I/I_0 = e^{-\mu D} = e^{-70}$ (oder 10^{-30}), denn der Absorptionskoeffizient μ beträgt 22 cm^{-1} nach den Tabellen, und die Dicke ist $D = 3,2 \text{ cm}$. Die im dargestellten Interferenzfall gemessene Durchlässigkeit beträgt e^{-10} (oder 10^{-4}). (Verglichen wird die Intensität von R im gezeichneten Fall mit der Intensität desselben Reflexes bei

Spiegelung an der Oberfläche, d. h. ohne Absorption [vgl. Anm.¹, S. 304].) Der Kristall zeigt sich freilich nicht an allen Stellen der Eintrittsfläche so stark übernormal durchlässig, aber doch, mit kleinen Schwankungen, innerhalb großer Bereiche. Da die Formeln der dynamischen Theorie auch in diesem Fall (wie schon früher^{3,4}) in die beobachtete Größenordnung der Durchlässigkeit führen, besitzt

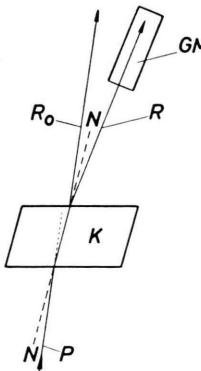


Abb. 1. Versuchsanordnung: P durch Blenden begrenzter Primärstrahl; K Kristall; N Netzebene; R_0 , R Reflexe, die an der Austrittsfläche entstehen; GM GEIGER-MÜLLERSches Zählrohr. Von der Fächerbildung im Kristall² ist in der Zeichnung abgesehen worden; eingetragen ist nur der Strahl längs der reflektierenden Netzebene.

der Kristall, so dick er ist, in seinen besten Teilen ein RÖNTGEN-optisch nahezu vollkommenes Gitter. Daß es doch Fehler hat, beweisen die erwähnten kleinen Schwankungen der Intensität besser als der Vergleich mit den Formeln, die sich zur Zeit nur

¹ G. BORRMANN, Z. Phys. **127**, 297 [1950].

² G. BORRMANN, G. HILDEBRANDT u. H. WAGNER, Z. Phys. **142**, 406 [1955].

³ P. B. HIRSCH, Acta Cryst. **5**, 176 [1952].

⁴ W. H. ZACHARIASEN, Proc. Nat. Acad. Sci., Wash. **38**, 378 [1952].



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.

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.

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.

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.

mit einer nicht ganz hinreichenden Genauigkeit ausrechnen lassen.

An einer guten Kristallstelle registriert das auf den Reflex R eingestellte Zählrohr rund 2000 RÖNTGEN-Lichtquanten pro Minute (Abb. 2), wenn die Spannung an der RÖNTGEN-Röhre 34 kV beträgt, der Strom 10 mA. Erwärmen der Strahlenaustrittsfläche des (auf stabiler Unterlage ruhenden) Kristalls mit der Hand, etwa 1 Minute andauernd, lässt die Zählrate auf den Nulleffekt des Zählrohres absinken. Sie steigt dann wieder an und erreicht etwa 15 Minuten nach dem Eingriff ihren Ausgangswert. *Die sicherlich nur leichte Störung des Gitters ändert die Durchlässigkeit um mehr als 2 Größenordnungen.*

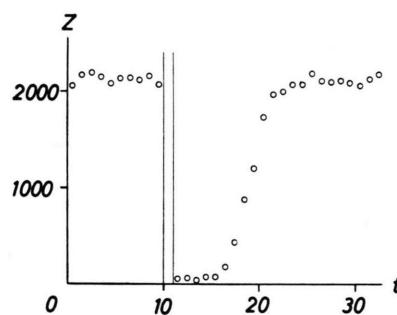


Abb. 2. Der stärkste Kalkspatreflex unter dem Einfluß schwächer einseitiger Erwärmung des Kristalls, bei extrem hoher Absorption. Z Zählrate in Impulsen pro Minute; t Zeit in Minuten; Nulleffekt des Zählrohres $Z_0 = 60$. Die beiden senkrechten Linien begrenzen das Erwärmungsintervall.

Dieses Versuchsergebnis kann seine Erklärung nicht darin finden, daß die Interferenzbedingung an der Eintrittsfläche, etwa infolge Änderung des Netzebenenabstandes, schlechter als vorher erfüllt war, denn das einfallende Strahlenbündel war genügend divergent, um die Reflexion der $\text{K}\alpha$ -Komponenten zu sichern. Sollten die Strahlen im Kristall aus irgendeinem Grunde andere Gitterbezirke durchquert haben als vor der Erwärmung, so ist von seiten der Wachstumsgüte keine Schwierigkeit zu erwarten, denn ein großes Kristallvolumen war aus Weitwinkeldiagrammen als hinreichend homogen gut bekannt. Die Strahlungsenergie hat sich nicht etwa vollständig von R auf R_0 verlagert, vielmehr ergab die R_0 -Messung eine Kurve ähnlich Abb. 2. Schließlich kann auch die erhöhte mittlere Kristalltemperatur nicht die Ursache sein. Zwar nimmt mit steigen-

der Temperatur der DEBYE-Faktor ab; damit wird [nach den Gln. (20) und (21) in Anm.⁵] der Absorptionskoeffizient des längs der reflektierenden Netzebene fortschreitenden Wellenfeldes größer. Wie sich leicht abschätzen lässt, vermag dieser Zusammenhang aber die beobachtete Intensitätsabnahme nur zu einem geringen Bruchteil zu erklären (vgl. auch das Ergebnis des früher beschriebenen Abkühlungsversuchs⁶).

Verantwortlich ist die Temperaturdifferenz zwischen Eintritts- und Austrittsfläche, die unmittelbar nach Zurückziehen der Hand noch bestehen muß und sich im Laufe der Zeit langsam ausgleicht. Die Kurve Abb. 2 stellt also die Wirkung einer vorübergehenden elastischen Verformung des Raumgitters dar.

Experimente mit wohldefinierten Temperaturdifferenzen zwischen Eintritts- und Austrittsfläche haben diese Auffassung bestätigt. Eine Differenz von $0,6^{\circ}\text{C}$ genügt, um beide Reflexe auf rund 1% ihrer Ausgangsstärken zu reduzieren.

Die Intensitätsformeln der dynamischen Theorie für die planparallele Kristallplatte^{7,8} gelten für den Idealkristall, sind also auf den verformten Kristall als Ganzen nicht anwendbar. Trotzdem ist diese Theorie hier zuständig. Man wird dies schon vermuten angesichts der beobachteten Stärkeänderungen, denn diese sind zwar auffällig genug, bedeuten aber doch nur wenig, gemessen an dem genannten Intervall von 10^{-4} bis 10^{-30} ; der verformte Kristall mit der Durchlässigkeit 10^{-6} steht dem unverformten Kristall noch sehr nahe. Eine klare Aussage wird möglich, wenn man bedenkt, daß die dynamische Theorie die im idealen Kristallgitter sich bildenden *Wellenfelder* beschreibt: solange an der Austrittsfläche des Kristalls Wellenfelder beobachtet werden, ist die Diskussion auf die dynamische Theorie zu gründen. Diese Voraussetzung trifft bei den hier beschriebenen Experimenten zu, denn auch nach Verformung bilden sich an der Austrittsfläche aus dem Zerfall der Wellenfelder die beiden Reflexe R_0 und R . Da es nun Wellenfelder mit verschiedenem Intensitätsverhältnis der Einzelwellen und verschiedenem Absorptionskoeffizienten gibt², ist es denkbar, daß im verformten Kristall andere Felder eine Rolle spielen als im unverformten. Dies wird durch die Experimente bewiesen, denn das Stärke-

⁵ G. BORRMANN, Z. Kristallogr. **106**, 109 [1954].

⁶ G. BORRMANN u. W. GERISCH, Z. Kristallogr. **106**, 99 [1954].

⁷ W. H. ZACHARIASEN, Theory of X-Ray Diffraction in Crystals, John Wiley and Sons, Inc., New York, 1945.

⁸ M. v. LAUE, Acta Cryst. **2**, 106 [1949].

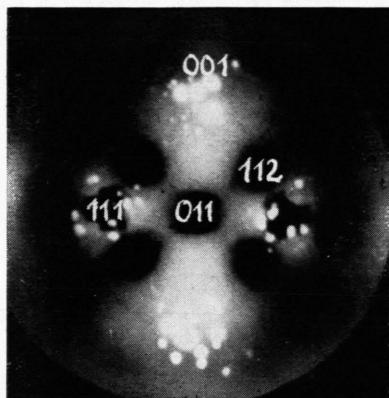


Abb. 1. Temperatur der Spitze während des Aufdampfens 900° K.

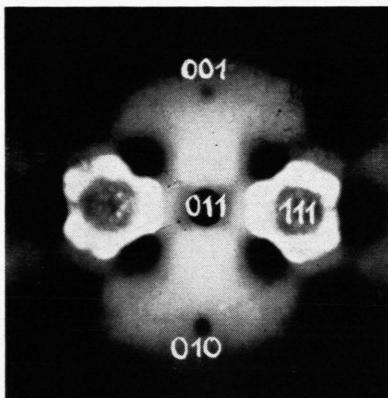


Abb. 2. Spitzentemperatur 1100° K.

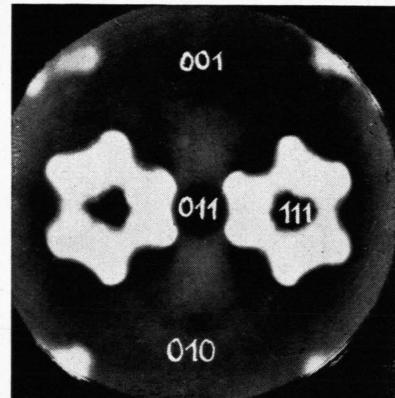


Abb. 3. Spitzentemperatur 1200° K.

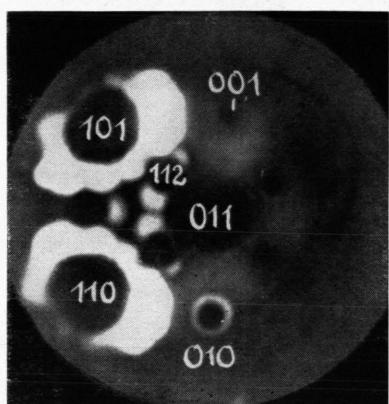


Abb. 4. Wachstumserscheinungen beim Aufdampfen von Wolfram auf das eigene Kristallgitter. Temperatur der Spitze 1100° K.

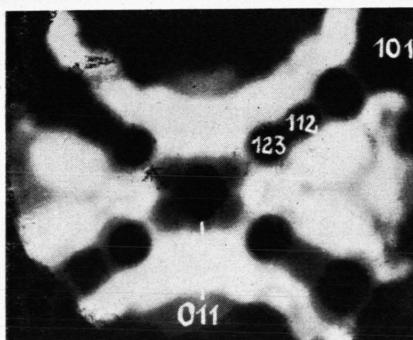


Abb. 5. Platin auf das Wolframgitter aufgedampft. Spitzentemperatur 1100° K.
Man beachte die Sechseckform der 011-Ebene.

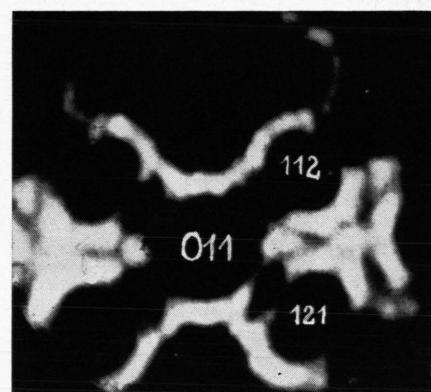


Abb. 6. Platin bei einer Temperatur der Spitze von 1320° K aufgedampft. Die Flächen, besonders 112, erscheinen stark vergrößert. Die hellen Linien zwischen 112 und 132 stellen Kanten dar, bei denen die Ebenen aneinanderstoßen.

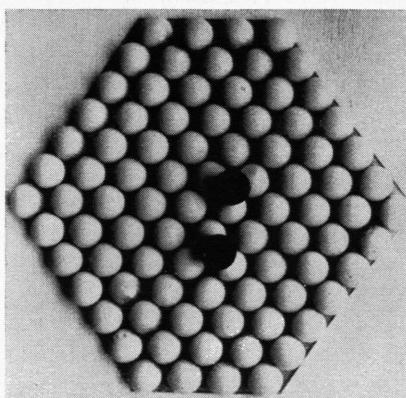


Abb. 7. Modell der 011-Fläche. Obere schwarze Kugel in Muldenlage, untere Kugel in Sattellage.

verhältnis R_0/R ist in beiden Fällen etwas verschieden. — Im Grunde erlaubt die Tatsache der übernormalen Durchlässigkeit allein schon den Schluß auf die Bildung von Wellenfeldern, doch gibt die Beobachtung beider Reflexe den direkten Beweis.

Kristalle ohne Temperaturgradient zeigen von einer Kristallstelle zur anderen außer den erwähnten Schwankungen der Durchlässigkeit auch R_0/R -Änderungen. Offensichtlich können geringe natürliche Unvollkommenheiten des Gitters sich auf die-

selbe Weise wie die von außen erzwungene Störung bemerkbar machen. In jedem Fall wird deutlich, daß die Bildung von Wellenfeldern an der Eintrittsfläche und die Beobachtung solcher Felder an der Austrittsfläche nicht an die Voraussetzung eines durchgehend idealen Gitters gebunden sind.

Über die Erfahrungen mit großen Kristallen, die Versuche mit einem Temperaturgradienten im Kristall und die Aussagen der Theorie wird noch näher zu berichten sein.

Kondensation von Eisen und Platin auf Wolframeinkristallflächen im Feldelektronenmikroskop bei erhöhter Temperatur

Von KARL NEUBECK

Aus dem 1. Physikalischen Institut der Universität Mainz *

(Z. Naturforschg. 11 a, 587—589 [1956]; eingegangen am 8. Mai 1956)

Es werden bestimmte Wirkungen der Oberflächenwanderung beschrieben, die beim Auftreten verschiedener aufgedampfter Metalle auf eine heiße Wolframspitze im Feldelektronenmikroskop beobachtet werden.

Es wird gezeigt, daß die Reihenfolge des Verschwindens von beobachteten Eisenkondensaten auf verschiedenen Ebenen mit wachsender Temperatur durch die Platzwechselenergien der einzelnen Flächen zu verstehen ist.

Bei der Kondensation von Platin auf Wolfram zeigen sich besondere Wachstumserscheinungen einzelner Flächen. Das Auftreten solcher Vorgänge war bisher nur bei Wolfram auf Wolfram bekannt. Daß eine Vergrößerung der Flächen auch mit einem artfremden Atom möglich ist, wird auf die Gleichheit der Atomradien von Platin und Wolfram zurückgeführt. Es wird durch weitere Beobachtungen als wahrscheinlich herausgestellt, daß wir es bei den beschriebenen Experimenten mit der direkten Sichtbarmachung eines Vorganges zu tun haben, bei dem ein begonnener Kristallbau von einem artfremden Atom fortgesetzt wird. Es werden andere Systeme vorgeschlagen, bei denen ebenfalls Wachstumserscheinungen auftreten müßten.

Wegen der starken Abhängigkeit der Feldelektronenemission von lokaler Feldstärke und Austrittsarbeit ist das Feldelektronenmikroskop (FEM) ein empfindliches Nachweisgerät für adsorbierte Kondensate bzw. adsorbierte Schichten¹. Es gestattet in weiten Temperaturbereichen die Untersuchung von Oberflächendiffusions- und Adsorptionsvorgängen an verschiedenen Kristallflächen.

Methode

Beim Auftreffen verdampfter Metalle auf eine Wolframeinkristallspitze bei erhöhter Temperatur lassen sich bestimmte Wirkungen der Oberflächenwanderung beobachten. Das Metall wurde hierzu bei abgeschaltetem Feld bei verschiedenen Temperaturen der einkristallinen Spitze auf die reine Wolframoberfläche aufgedampft und die Veränderung der Emissionsbilder bei kalter

Spitze (Zimmertemperatur) untersucht. Um eine Störung durch die Absorption der Restgase des Vakuums zu vermeiden, ist es notwendig, bei extrem guten Vakuumbedingungen zu arbeiten. Durch Verwendung der Pumpwirkung eines Ionisationsmanometers und der Getterwirkung von Metallen wurde bei einem Druck von 10^{-9} bis 10^{-10} Torr gearbeitet. Der Druck konnte durch ein ALPERTSches Ionisationsmanometer² gemessen werden.

Kondensation von Eisen auf Wolfram

Ergebnisse

Bei den folgenden Aufnahmen wurde Eisen bei wachsenden Temperaturen der Kristallspitze aufgedampft.

Bei Abb. 1 ** betrug die Spitzentemperatur während des Aufdampfens 900°K . In der 001- und

* Dissertation D 77, auszugsweise vorgetragen auf der Physikertagung 1955 in Wiesbaden.

¹ E. W. MÜLLER, Erg. exakt. Naturwiss. 27, 290 [1953].

² D. ALPERT, J. Appl. Phys. 24, 860 [1953].

** Abb. 1 bis 7 auf Tafel S. 588 a.