

# Schatten von Versetzungslinien im Röntgen-Diagramm

Von G. BORRMANN, W. HARTWIG und H. IRMLER \*

Aus dem Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft, Berlin-Dahlem

(Z. Naturforschg. 13 a, 423—425 [1958]; eingegangen am 11. April 1958)

Der eine Versetzungslinie umgebende Bereich gestörten Gitters ist groß genug, um im Strahlenfächer minimaler Absorption, wie er im idealen Raumgitter bei Interferenz gebildet wird, einen Schatten zu werfen, der nach Vergrößerung von Kontaktdiagrammen des Kristalls sichtbar wird.

Die Untersuchung der übernormalen Durchlässigkeit der Kristallgitter für RÖNTGEN-Strahlen hat einen Grad der Annäherung der gemessenen an die theoretischen Werte des Idealkristalls ergeben, der angesichts der großen Abweichung beider Werte von der normalen Durchlässigkeit erstaunlich gut genannt werden darf (vgl. etwa Anm.<sup>1</sup>). Solcherart scharf auf ihre Wachstumsgüte geprüfte und als röntgenoptisch nahezu vollkommen befundene Kristall-exemplare zeigen denn auch im Weitwinkel-Durchstrahlungsbild Interferenzlinien ohne oder mit wenig Störungen der Intensitätsverteilung. So haben einige unter vielen ausgewählte Kalkspatexemplare sowie Germanium mit etwa 4000 Versetzungen pro cm<sup>2</sup> fehlerlose Reflexe erzeugt. Näheres Studium erweist aber, daß die Fehler nur verwischt sind, und zwar infolge der stets vorhandenen Divergenz der Strahlung; denn je mehr der Film dem Kristall genähert wird, desto ungleichmäßiger wird die Intensität in den Reflexen. Das Abstandsminimum, bei an der Austrittsfläche liegender photographischer Schicht, ist im folgenden verwirklicht.

Abb. 1 deutet eine Weitwinkelanordnung an, bestehend aus einer Feinfokusröhre, einer planparallelen Kristallscheibe und einer Photoplatte. Beobachtet wird die interferierende K-Strahlung, während die nicht interferierende Strahlung durch normale Absorption unterdrückt wird. Im Kristall entsteht der Strahlenfächer<sup>2,3</sup>; die photographische Schicht registriert den Fächer, bevor er in merklichem Maße in seine beiden Komponenten (die Reflexe  $R_0$  und  $R$ ) zerfällt. Die Abbildung ist räumlich zu ergänzen: der Fächer entsteht überall längs der Spur des Einfallskegels auf der Eintrittsfläche des Kristalls.

Die erhaltenen Bilder wurden 10- bis 25-fach vergrößert. Abb. 2 \*\* zeigt einen Ausschnitt aus dem

vergrößerten Diagramm einer Si-Scheibe. Wir halten die im Bild erkennbaren dunklen Stellen für Schatten einzelner Versetzungslinien. Offenbar ist

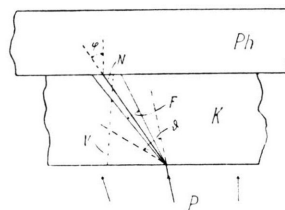


Abb. 1. Schema der Versuchsanordnung. P Primärstrahlung, ca. 30° räumlich divergent, K Kristall, Ph Photoplatte, N Netzebene,  $\theta$  Beugungswinkel (=47° für {220} von Si), F Strahlenfächer mit reduzierter Absorption, V Versetzungslinie,  $\varphi$  Winkel zwischen N und Oberflächenlot, Cu-Antikathode, runder Fokus 0,3 mm, Abstand Fokus—Kristall 27 mm, Durchmesser der Si-Scheiben ca. 15 mm, Dicke  $D$  ca. 1 mm, mit  $\mu = 143 \text{ cm}^{-1}$  ( $\mu$  Absorptionskoeffizient) ist  $\mu D$  ca. 15.

der die Versetzungslinien umgebende zylindrische Bereich mit unvollkommenem Gitter groß. Wie empfindlich die Wellenfelder auf Gitterstörungen reagieren können, ist kürzlich mittels elastischer Deformation eines großen Kristalls gezeigt worden<sup>1</sup>.

Zum Beweis führen wir an:

## 1. Form und Lage der Schatten

a) *Im horizontalen Reflex.* Viele Schatten haben die Form sehr spitzer Keile, deren Spitze nach der konkaven Seite des Reflexes hin, d. h. im Bild nach unten, zeigt. Dies ist zu erwarten, wenn die Versetzungslinien einigermaßen senkrecht zur Kristallplatte verlaufen: der Austrittsfläche naheliegende Teile der Versetzungslinie werden scharf abgebildet, weiter davon entfernte unscharf; die Unschärfe beruht im allgemeinen Fall auf der endlichen Größe des Brenn-

\* Siemens-Schuckertwerke AG., Schaltwerk, Berlin.

<sup>1</sup> G. BORRMANN u. G. HILDEBRANDT, Z. Naturforschg. 11 a, 585 [1956].

<sup>2</sup> M. v. LAUE, Acta Cryst. 5, 619 [1952].

<sup>3</sup> G. BORRMANN, G. HILDEBRANDT u. H. WAGNER, Z. Phys. 142, 406 [1955].

\*\* Abb. 2, 3 und 4 auf Tafel S. 424 a, b.

<sup>4</sup> W. C. DASH, J. Appl. Phys. 27, 1193 [1956].



flecks und der Divergenz im Strahlenfächer. Die Schatten müssen sich nach der konvexen Seite hin verbreitern, weil dies der Projektionsrichtung entspricht (in Abb. 1 ist die konvexe Seite des Einfallskegels links). Versetzungslinien, die einigermaßen parallel zur Wachstumsrichtung sind, kommen nach DASH<sup>4</sup> und eigenen Ätzversuchen häufig vor.

b) *In den schräg verlaufenden Reflexen.* Das Bild ändert sich, wenn die zur Fächerbildung benutzte Netzebene anders zur Oberfläche orientiert ist, beispielsweise senkrecht steht wie im Fall der beiden schrägen Reflexe in Abb. 2. In diesen kommen mehrere sehr deutliche Schatten vor, die im Reflex entspringen. Aber ihre Richtung ist mehr längs als quer zum Reflex, was zu erwarten ist, weil im hier erscheinenden Teil der beiden Reflexe die Strahlrichtung im Kristall nicht senkrecht zu seiner Oberfläche war, folglich eine Komponente in der Längsrichtung der Reflexe hatte.

## 2. Die Zahl der Schatten

Im linken Teil des horizontalen Reflexes, wo die Schatten einigermaßen getrennt sind, zählt man auf einer Länge von 3 cm rund 30 im Reflexe entspringende Schatten. Bei 1,5 cm Reflexbreite sind dies rund 2000 Schatten/cm<sup>2</sup> auf der Photoplatte. Im zugehörigen mittleren Teil der Scheibe wurden 2500 Ätzgruben pro cm<sup>2</sup> gezählt. Nach dem Scheibenrand hin steigt diese Dichte auf 10 000; im entsprechenden Teil des Diagramms, der außerhalb des reproduzierten Ausschnittes liegt, nimmt die Schattendichte zu, doch sind so viele Schatten einander überlagert, daß sie nicht mehr abgezählt werden können.

Die Abzählung *aller* Schatten in den zwei anderen Reflexen ergibt rund 3000/cm<sup>2</sup> im mittleren Teil. Hier ist der Dichteanstieg nach dem Rand des Diagramms hin deutlich zu erkennen.

## 3. Einen Kristall mit sehr geringer Versetzungsdichte

Dieser Kristall soll nach DASH nur 10 bis 20 Versetzungen/cm<sup>2</sup> besitzen. Wir haben auf seiner ganzen Oberfläche von 1,6 cm<sup>2</sup> 9 Ätzgruben erhalten, alle etwa 30  $\mu$  groß und anscheinend ebenso tief (ob auch einige sehr viel kleinere Grübchen mitzuzählen sind, ist noch nicht geklärt). Manche Diagramme dieses bewundernswerten Erzeugnisses der Kristallzüchtung zeigen fehlerlose Reflexe, denn es kann vorkommen, daß keine Versetzung von interferierender Strahlung getroffen wird. Nach Parallelverschie-

bung des Kristalls haben wir bisher 6 der Versetzungslinien, die in den Ätzgruben entspringen sollen, durch Schatten nachgewiesen (nach den übrigen wurde noch nicht gesucht). Es ist in diesem Fall leicht, Ätzgruben und Schattenspitzen einander geometrisch genau zuzuordnen. Abb. 3 zeigt zwei sich schneidende {220}-Reflexe mit *einem* Abbild einer Versetzung. Der Schatten liegt links vom Schnittpunkt der Reflexe. Rechts davon ist eine Figur zu sehen, die bisher zweimal beobachtet wurde, ein heller Fleck mit einem kurzen dunklen Keil. Ob auch dies der Schatten einer Versetzung ist, wurde noch nicht geprüft; eine große Ätzgrube liegt dort nicht.

## 4. Die Projektion derselben Versetzungslinie in verschiedene Richtungen

Eine Versetzung (nicht die der Abb. 3) wurde durch Parallelverschiebung des Kristalls nacheinander in beide in Abb. 3 auftretenden Reflexe gerückt, außerdem in beide zu diesen spiegelbildlichen Reflexe, die oberhalb des hier reproduzierten Ausschnitts liegen; die vier Reflexe umgeben den [110]-Pol, die Versetzung lag jedesmal nahezu am Scheitelpunkt des Reflexes bezüglich dieses Pols, die Fächerebene stand also jedesmal senkrecht zur Scheibe. Ausschnitte dieser vier Diagramme sind in Abb. 4 zusammengestellt. In den beiden oberen Bildern ist der Schatten deutlich zu erkennen: Lage und Form des Schattens in den beiden Ausschnitten sind verschieden, wie es unter der Voraussetzung einer das Raumgitter durchziehenden Störung sein muß (bezüglich der Lage) bzw. sein kann (bezüglich der Form). Evident weicht die Störungslinie nicht weit vom Lot auf der Kristallplatte ab. Die Frage ist, ob die Linie leicht gekrümmt ist, wie es nach der rechten Projektion den Anschein hat. Die unteren Bilder sind, obwohl in gleicher Weise erhalten, weniger deutlich; im Original sieht man, daß die Schatten so liegen, wie man es erwarten muß, nämlich etwa spiegelbildlich zur Lage im jeweils parallelen oberen Reflex.

Um den Ort des Ätzgrübchens im Kontaktdiagramm zu bestimmen und ihn der Schattenspitze eindeutig zuzuordnen, war das Grübchen mit einer stark absorbierenden Substanz (Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) gefüllt. Infolgedessen entsteht ein dunkler Punkt im Diagramm, der in beiden unteren Bildern deutlich zu erkennen ist. Er erweist sich als Ausgangspunkt der hier freilich nur schwachen Schatten. In den oberen Bildern ist er nicht oder weniger klar zu erkennen,

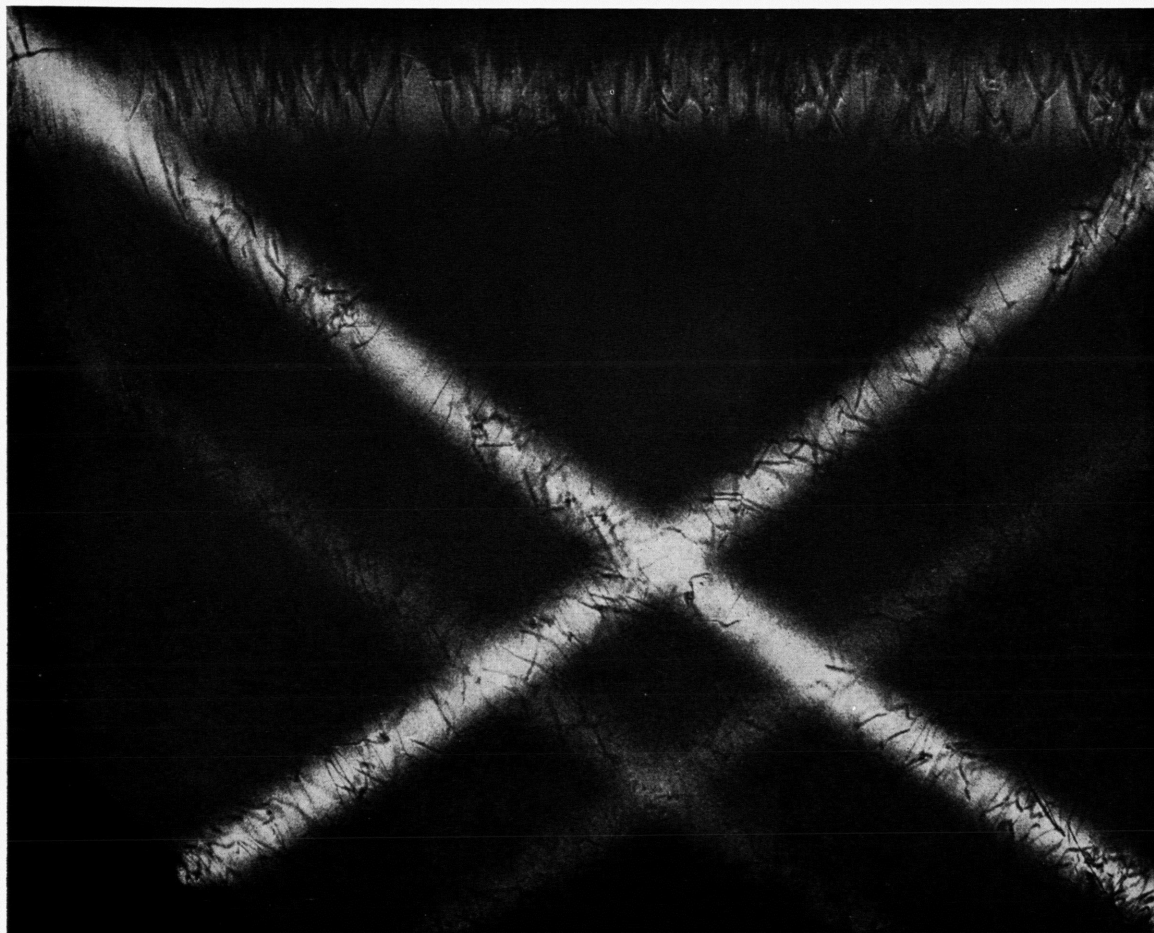


Abb. 2. Ausschnitt aus dem Diagramm einer Si-Scheibe, 17-fach vergrößert. Scheibe parallel zu (111) geschnitten, plan geschliffen, poliert und blank geätzt. Nach dem Ätzen auf Versetzungen (gemäß der Vorschrift von W. C. DASH<sup>4)</sup> wurden 2500 Ätzgruben pro  $\text{cm}^2$  gezählt. Wachstumsrichtung [111]. — Horizontaler Reflex:  $\{220\}$  mit  $\varphi = 55^\circ$ ; um die

Interferenzbedingung zu erfüllen, war die Scheibe abweichend von Abb. 1 um  $32^\circ$  geneigt. Schräg laufende Reflexe:  $\{220\}$  mit  $\varphi = 0^\circ$ ; außer  $K_\alpha$  auch (schwach)  $K_\beta$ . — Aufnahme-daten: 12,5 kV, 1,5 mA, 12<sup>h</sup>, 30  $\mu$  Cu-Filter, Feinkornplatte. Links oben eine Linie mit 2 Abzweigen.



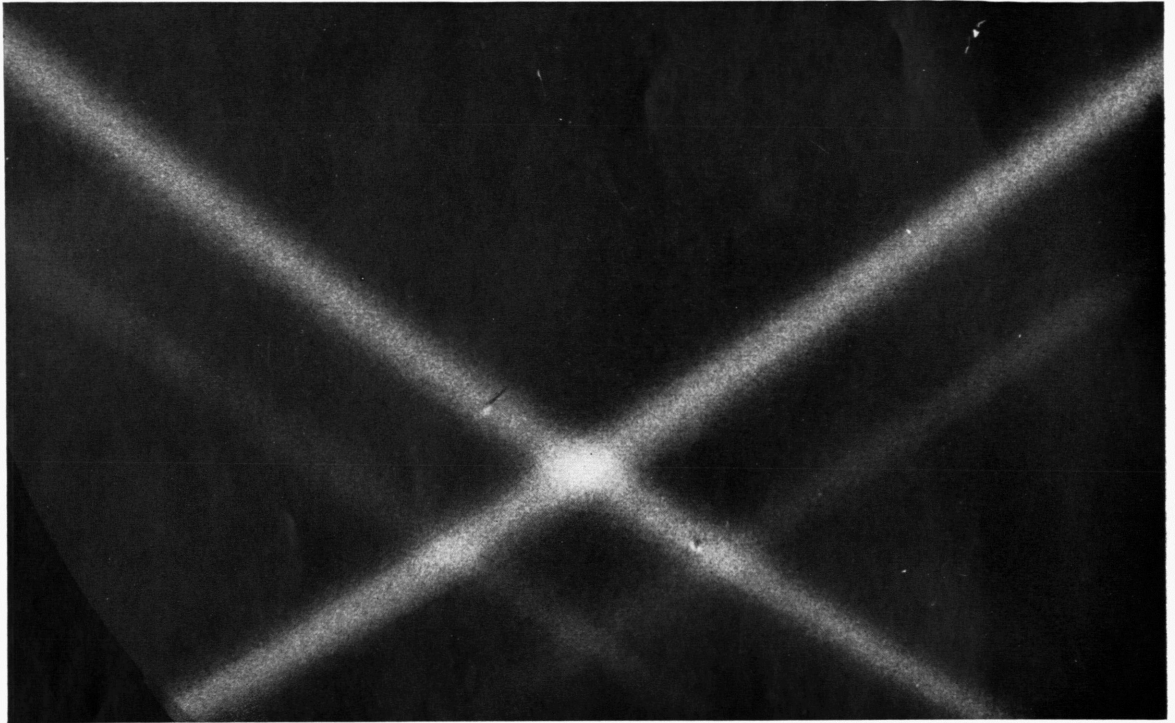


Abb. 3. Ausschnitt aus dem Diagramm einer parallel zu (110) geschnittenen Si-Scheibe, 17-fach vergrößert, Kristalloberfläche mit Ätzgruben, ca.  $10/\text{cm}^2$ . Wachstumsrichtung  $[110]$ . Zwei  $\{220\}$ -Reflexe mit  $\varphi=30^\circ$ ,  $K_\alpha$  und  $K_\beta$ . — Aufnahmedaten: wie in Abb. 2, jedoch  $3^h$ .

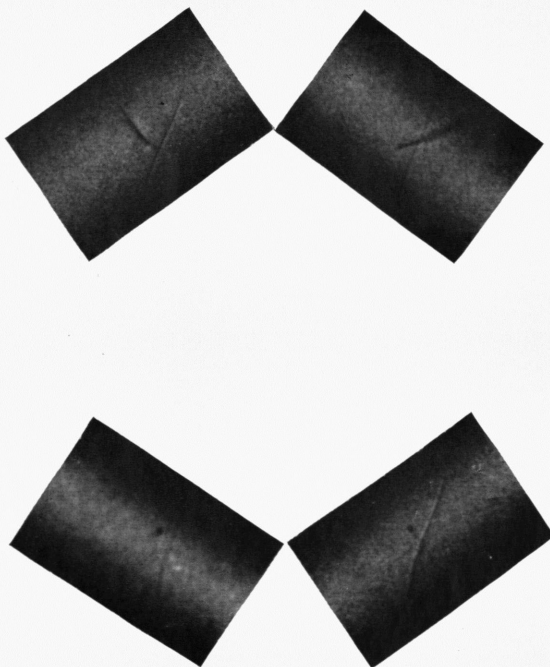


Abb. 4. Ausschnitte aus 4 Diagrammen: dieselbe Versetzungslinie in 4 Richtungen projiziert mittels 4 Netzebenen der Form  $\{220\}$ , bei  $\varphi=\pm 30^\circ$ ; 25-fach vergrößert. Kristall wie in Abb. 3, jedoch eine andere Versetzung. Ätzgrube mit  $\text{Pb}_3\text{O}_4$  gefüllt.



offenbar, weil er mit dem Schatten der Versetzungslinie zusammenfällt; man glaubt ihn an der Schattenspitze zu finden.

Den Beweis liefert der schräge Strich, der in allen vier Diagrammen in unveränderter Lage zu sehen ist: er liegt in den unteren Bildern 2 mm vom Schatten der Ätzgrube entfernt, in den oberen ebenso weit von der Schattenspitze der Versetzungslinie.

Der Strich war nach dem Ätzen nicht vorhanden, er muß durch einen beim Aufbringen der Mennige entstandenen Kratzer auf der Kristalloberfläche hervorgerufen sein. Im Mikroskop, bei 500-facher Vergrößerung, ist er nicht zu sehen. Dies ist nach einer anderen Beobachtung nicht verwunderlich. Absichtlich mit dem Diamanten auf der Si-Scheibe gezogene nur  $3\ \mu$  breite Furchen erzeugen Störungen im Reflex, die weit kräftiger sind als der hier erscheinende Strich. Die Wellenfelder reagieren also auch auf Fehler an der Oberfläche sehr empfindlich. In den Dia-

grammen ist der Strich eine willkommene topographische Hilfe.

Helldunkelstrukturen der Schatten sind an manchen Stellen der Bilder unverkennbar.

Von Germanium haben wir ähnliche Diagramme erhalten.

Soweit die Auffassung von der Schattenwirkung der Versetzungen richtig ist, sollte die anomale Absorption keine entscheidende Rolle spielen außer der, dem Strahlenfächer den Durchgang durch einen sonst undurchlässigen Kristall zu ermöglichen. Die ersten Versuche mit am Kristall anliegenden Film sind (zusammen mit G. HILDEBRANDT) an großen Kalkspatkristallen gemacht worden<sup>5</sup>. Die Methode wird ergänzt durch Diagramme bei kleinem Abstand Kristall – Film; die Reflexe  $R_0$  und  $R$  liegen dann eng benachbart, und die Struktur beider kann verglichen werden.

Den Herren D. TURNBULL und W. C. DASH, Schenectady, New York, möchten wir für die Überlassung eines Si-Kristalls herzlichst danken.

<sup>5</sup> G. BORRMANN, Optik **10**, 405 [1953].

## NOTIZEN

### Das gyromagnetische Verhältnis des 92 keV-Niveaus von $\text{Pm}^{147}$

Von E. BODENSTEDT, E. MATTHIAS, H. J. KÖRNER und R. H. SIEMSEN

Physikalisches Institut der Universität Hamburg  
(Z. Naturforsch. **13 a**, 425–426 [1958]; eingegangen am 14. April 1958)

Das Niveauschema von  $\text{Pm}^{147}$  hat nach den Untersuchungen von HANS, SARAF und MANDEVILLE<sup>1</sup> die in Abb. 1 dargestellte Gestalt. Die Lebensdauer des 92 keV-Niveaus wurde von GRAHAM und BELL<sup>2</sup> zu  $T_{1/2} = 2,44 \cdot 10^{-9}$  sec angegeben. Diese Lebensdauer reicht aus, um den  $g$ -Faktor dieses Niveaus aus der Verschiebung der  $\gamma$ - $\gamma$ -Winkelkorrelation durch ein äußeres Magnetfeld zu bestimmen.

Die Winkelkorrelation der 320 keV – 92 keV-Kaskade wurde von LINDQVIST und KARLSSON<sup>3</sup> gemessen. Sie erhielten als Anisotropie:  $A = -0,110 \pm 0,01$ . Die gleichen Verfasser untersuchten auch die Schwächung dieser Anisotropie durch Anwendung eines äußeren Magnetfeldes von 25 000 Gauß. Es gelang ihnen auf Grund ihrer Meßresultate für den  $g$ -Faktor als obere Grenze anzugeben:

$$|g| \leq 1.$$

<sup>1</sup> H. S. HANS, B. SARAF u. C. E. MANDEVILLE, Phys. Rev. **97**, 1267 [1955].

Bei unseren Untersuchungen wurde die Winkelkorrelation der gleichen Kaskade bei 37 200 Gauß für beide Feldrichtungen gemessen und mit der Winkelkorrelation ohne äußeres Magnetfeld verglichen, die bei der gleichen geometrischen Anordnung beobachtet

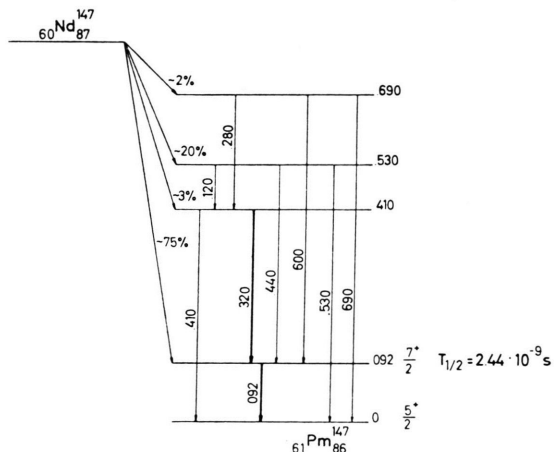


Abb. 1. Niveauschema von  $\text{Pm}^{147}$ .

<sup>2</sup> R. L. GRAHAM u. R. E. BELL, Canad. J. Phys. **31**, 377 [1953].

<sup>3</sup> T. LINDQVIST u. E. KARLSSON, Ark. Fys. **12**, 519 [1957].