

NOTIZEN

Über die Kontrastbedampfung der Versetzungs- ätzgruben von LiF-Monokristallen bei der Her- stellung elektronenmikroskopischer Präparate

Von E. SCHÜLLER

Studiecentrum voor Kernenergie, Mol, België *

(Z. Naturforsch. 15 a, 169 [1960]; eingegangen am 14. Januar 1960)

Während elektronenmikroskopischer Untersuchungen von LiF-Monokristallen zeigte es sich, daß bei der Beschattung der flachen, pyramidenförmigen Versetzungs-ätzgruben ein optimaler Kontrast erreicht werden kann, wenn man ihre auf das Kristallgitter bezogene Orientierung berücksichtigt. Diese bleibt für ein bestimmtes Ätzmittel konstant^{1, 2}. Die Gruben liegen bei Ätzung mit wäßriger FeCl₃-Lösung parallel zur [100]-Richtung, im Gegensatz zu durch „CP-4“ entstandenen, deren Seiten parallel zur [110]-Richtung erscheinen.

Die mittels Kunststoff-Folie hergestellten Abdrucke

der Kristalloberflächen werden zur Bedampfung so angebracht, daß zwei gegenüberliegende Seiten der Ätzgruben lotrecht zur Bedampfungsrichtung verlaufen (Abb. 1 a und 2 a). Die Verteilung der auf diese Weise entstandenen Schatten hebt die Pyramidenform der Gruben deutlich hervor (Abb. 1 b **); Abb. 2 b zeigt eine so beschattete Schraubenversetzung.

Es sei noch erwähnt, daß eine andere Methode etwa gleichwertige Resultate liefert. Sie ist vorwiegend bei mit „CP-4“ geätzten Kristallen zur Anwendung gekommen, wurde aber wegen des größeren Zeitaufwandes im hiesigen Laboratorium seltener benutzt. Der Abdruck wird hier durch zweimaliges Bedampfen beschattet, und zwar mit jeweils der Hälfte des erforderlichen Beschattungsmaterials (Palladium) (Abb. 3 a). In Abb. 3 b wird das Ergebnis einer solchen Kontrastbedampfung veranschaulicht.

Für die Ermöglichung der Ausführung vorliegender Arbeit sei der Leitung des „Studiecentrum voor Kernenergie“, Mol, België, an dieser Stelle herzlich gedankt.

* Im Auftrag der „Gesellschaft zur Förderung der Kernphysikalischen Forschung“, Düsseldorf, Deutschland, dort tätig.

¹ J. J. GILMAN u. W. G. JOHNSTON, J. Appl. Phys. 27, 1018 [1956].

² J. J. GILMAN u. W. G. JOHNSTON, Dislocations and Mechanical Properties of Crystals, Chapman & Hall, London 1956, p. 116.

** Abb. 1 a, b bis 3 a, b auf Tafel S. 116 b.

Die Relaxation der Wände der ferromagnetischen Bereiche

Von B. ROTHENSTEIN

Technische Hochschule Timisoara Rumänien,
Physikalisches Laboratorium

(Z. Naturforsch. 15 a, 169–171 [1960]; eingegangen am 12. Februar 1960)

MASON¹ hat für die mit der Verschiebung der BLOCHschen Wände assoziierte innere Reibung die Gleichung

$$\frac{1}{Q} = \frac{\Delta E}{E_0} \cdot \frac{f/f_0}{1 + (f/f_0)^2} \quad (1)$$

angegeben, wo $1/Q$ die innere Reibung, $\Delta E/E_0$ den ΔE -Effekt, f_0 die Relaxationsfrequenz und f jene Frequenz, bei welcher die innere Reibung gemessen wird, darstellen.

Der Umstand, daß die Messungen die genaue Bestimmung der Frequenz f_0 nicht erlauben, wird den verschiedenen Maßen und Eigenfrequenzen der in der poly-

kristallinen Probe vorhandenen ferromagnetischen Bereiche zugeschrieben. Es hat sich ergeben, daß die Eigenfrequenz im umgekehrten Verhältnis zu den Maßen der Bereiche steht.

Wir haben in einer vorhergehenden Arbeit gezeigt², daß das Maximum der inneren Reibung bei ferromagnetischen Metallen im magnetischen Wechselfeld^{3–14}, mit der durch den JOULE-LENZ Effekt zerstreuten Energie assoziiert ist. (Infolge der reversiblen Verschiebung der BLOCHschen Wände unter dem Einfluß der während der Messungen angewandten periodischen Belastung werden mikroskopische Ströme induziert.)

Wir haben außerdem gezeigt, daß diese Erscheinung erklärt werden kann, wenn man annimmt, die innere Reibung sei durch den Ausdruck

$$Q^{-1} = k \gamma_{\text{Ha}}^2 v^2$$

gegeben. Dabei ist k eine für eine gegebene ferromagnetische Struktur charakteristische Konstante, γ_{Ha} jene Anzahl der Bereiche in der Volumeneinheit deren Ko-

¹ W. MASON, Phys. Rev. 83, 683 [1951].

² B. ROTHENSTEIN, Czechosl. J. Phys. 9, 215 [1959].

³ A. ESAU u. H. KORTUM, Forsch. Gebiete Ingenieurwes. 1932, 144.

⁴ A. CISMĂN u. CHISU AURELIA, St. BOJIN, Studii si Cercetari de Fizica Anul II, 91 [1952].

⁵ K. MISEK, Czechosl. J. Phys. 5, 3 [1955].

⁶ K. MISEK, Czechosl. J. Phys. 6, 4 [1956].

⁷ K. MISEK, Czechosl. J. Phys. 7, 247 [1957].

⁸ K. MISEK, Czechosl. J. Phys. 8, 129 [1958].

⁹ A. CISMĂN, B. ROTHENSTEIN u. J. HRIANCA, Acad. RPR Baza Timisoara Studii si Cercetari Stiintifice, 4, 3, 71 [1957].

¹⁰ A. CISMĂN, B. ROTHENSTEIN u. J. HRIANCA, Czechosl. J. Phys. 8, 374 [1958].

¹¹ B. ROTHENSTEIN, Naturw. 45, 359 [1958].

¹² B. ROTHENSTEIN u. J. HRIANCA, Naturw. 45, 359 [1958].

¹³ B. ROTHENSTEIN u. J. HRIANCA, Naturw. 45, 507 [1958].

¹⁴ A. CISMĂN, B. ROTHENSTEIN u. J. HRIANCA, Buletinul Stiintific si Tehnic al Institutului, Polihedric Timisoara Tomul 3 (17) Fasciola 1, 155 [1958].



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 digitalized 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.

erzitivkraft H_a ist und v diejenige Komponente der Geschwindigkeit der Wand, die um $\pi/2$ der Belastung nacheilt.

Nach dieser Annahme ist die Feldstärke \bar{H}_a , bei welcher das Maximum der inneren Reibung Q_{\max}^{-1} festgestellt wird, die wahrscheinlichste Koerzitivkraft. Diese Erscheinung ist in Abb. 1 gezeigt.

Zur Bestimmung der Geschwindigkeit geht man von der Differentialgleichung

$$\frac{d^2x}{dt^2} + R \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = m \tau e^{j\omega_1 t} + n H_a e^{j\omega_2 t} e^{-j\varphi} \quad (2)$$

aus. Es ist x die Verschiebung der Wand zur Zeit t , R das Verhältnis der Faktoren, die den Verschiebungswiderstand und die Trägheit darstellen, ω_0 die Eigenkreisfrequenz, m und n Koeffizienten, ω_1 die Kreisfrequenz des longitudinalen Wechselmagnetfeldes, τ der Größtwert der Beanspruchung mit der Kreisfrequenz ω_2 und φ die Phasenverschiebung zwischen dem Magnetfeld und der Beanspruchung.

Unter der Annahme, daß ω_1 und ω_2 gegenüber ω_0 vernachlässigbar seien, erhalten wir für die Geschwindigkeit v den Ausdruck

$$v = \frac{\omega_1 \omega_0^2 m \tau}{\omega_0^4 + \omega_1^2 R^2} + \frac{\omega_2 \omega_0^2 n H_a}{\omega_0^4 + \omega_2^2 R^2} \cos \varphi - \frac{\omega_2^2 n H_a R}{\omega_0^4 + \omega_2^2 R^2} \sin \varphi.$$

Für $\varphi = 0$ ergibt sich

$$v = \omega_0^2 \left[\frac{m \tau \omega_1}{\omega_0^4 + \omega_1^2 R^2} + \frac{n H_a \omega_2}{\omega_0^4 + \omega_2^2 R^2} \right]. \quad (3)$$

Dieser Ausdruck gibt ein Maximum für

$$\omega_2 = \omega_0^2 / R \quad (\omega_1 = \text{const}).$$

Wenn man die Amplitude des magnetischen Wechselfeldes unverändert läßt und seine Frequenz ändert, kann man die relative Veränderung der der Belastung um $\pi/2$ nacheilenden Geschwindigkeit der Wände bestimmen. Unter diesen Bedingungen kann man schreiben

$$Q_f^{-1} = k y_{H_a}^2 v_f^2 \quad (4)$$

und

$$Q_{200 \text{ Hz}}^{-1} = k y_{H_a}^2 v_{200 \text{ Hz}}^2 \quad (5)$$

Q_f^{-1} ist die innere Reibung in einem magnetischen Wechselfeld mit der Amplitude H_a und der Frequenz f und $Q_{200 \text{ Hz}}^{-1}$ die innere Reibung in einem magnetischen Wechselfeld mit gleicher Amplitude aber mit der Frequenz 200 Hz. Aus (4) und (5) ergibt sich

$$v_f / v_{200 \text{ Hz}} = \sqrt{Q_f^{-1} / Q_{200 \text{ Hz}}^{-1}}. \quad (6)$$

Diese Gleichung erlaubt es, das Verhältnis der Geschwindigkeiten der gleichen Wände bei der Frequenz f und der Frequenz 200 Hz ($v_{200 \text{ Hz}}$) zu bestimmen.

Die mit einem im Vakuum 3 Stunden bei 500 °C behandelten Eisendraht erhaltenen experimentellen Ergebnisse sind in Abb. 2 wiedergegeben. Leider konnten wir unsere Messungen nicht bei kleineren Frequen-

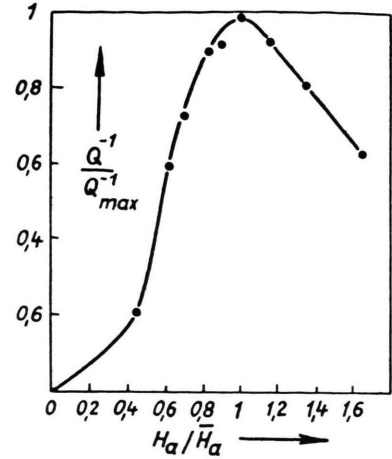


Abb. 1.

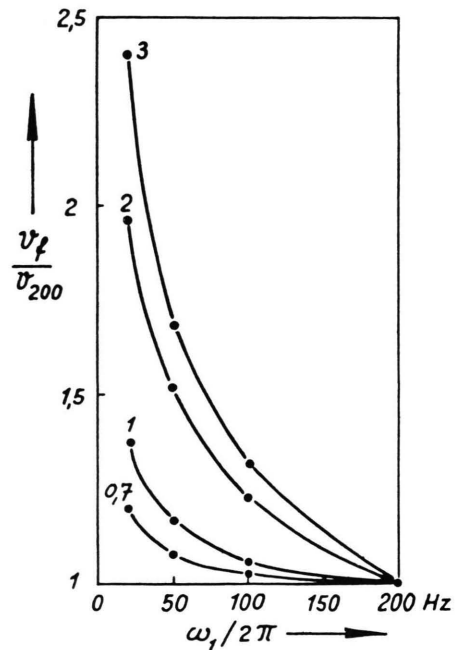


Abb. 2.

zen als 20 Hz fortsetzen, da hier die innere Reibung wahrnehmbar empfindlich gegenüber dem Verschiebungswinkel φ wurde. Die über jeder Kurve angebrachten Ziffern geben den entsprechenden Wert für das Verhältnis H_a / \bar{H}_a an.

Die Kurvenform in Abb. 2 erlaubt es uns, folgende Schlußfolgerungen zu ziehen:

Die Geschwindigkeit der verschiedenen Blochschen Wände hat ein Maximum, da sie für $\omega_2 = 0$ gegen Null strebt.

Das Geschwindigkeitsmaximum liegt zwischen 0 und 20 Hz.

Es ist wahrscheinlich, daß jene Bereiche, die dieselbe Koerzitivkraft besitzen, eine Geschwindigkeit v aufweisen, die für ein und denselben Wert $\omega_2 = \omega_0^2/R$ maximal wird, daß wir also nach diesem Merkmal eine Dispersion der Bereiche erhalten.

Über die Abhängigkeit des Kondensationskoeffizienten vom Partialdruck über der abdampfenden Kristallfläche

Von R. JAECKEL und W. PEPERLE

Physikalisches Institut der Universität Bonn
(Z. Naturforsch. 15 a, 171—172 [1960]; eingeg. am 28. Dezember 1959)

Mit Hilfe einer Drehwaage wurden die Dampfdrucke über Einkristallflächen von Natriumchlorid, Kaliumjodid, Antimonsulfid, Schwefel und *n*-acetyl-*p*-aminophenol als Funktion des Partialdruckes über der abdampfenden Fläche gemessen. Die Partialdrucke ließen sich durch die Blendenöffnungen q definiert einstellen (Abb. 1).

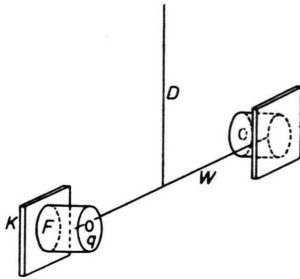


Abb. 1. Schema des Drehsystems. D Drehachse, W Drehschale, K Kristall, F Kristallfläche, q Blendenöffnung.

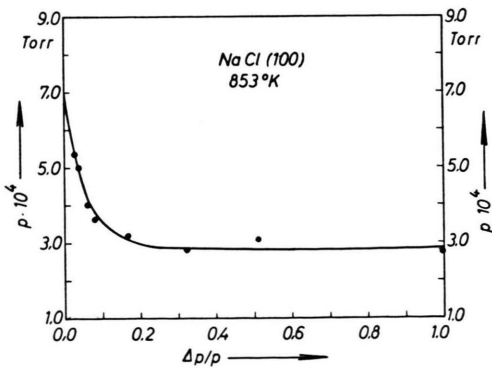


Abb. 2.

Abb. 2 zeigt bei NaCl den gemessenen Dampfdruck p als Funktion der relativen Untersättigung $\Delta p/p = f$. Durch Extrapolation auf $\Delta p/p = 0$ wurde der Sättigungsdampfdruck ermittelt.

Unter Zugrundelegung der KOSSEL-STRANSKISCHEN Modellvorstellung einer stufenweisen Verdampfung erhält man zwischen dem Kondensationskoeffizienten α , dem

Unter diesen Bedingungen im Frequenzbereich 0 bis 20 Hz durchgeführte Messungen würden wertvolle Aufschlüsse über den Mechanismus der Relaxation der Wände der ferromagnetischen Bereiche sowie auch über die Werte, die diese Relaxation charakterisieren, geben.

gemessenen Dampfdruck p , dem Sättigungsdampfdruck p_s und der relativen Untersättigung $\Delta p/p = f$ die Beziehung

$$\frac{p}{p_s} = \frac{\alpha}{f + (1-f)\alpha}$$

Abb. 3 zeigt den Verlauf des aus der obigen Beziehung berechneten Kondensationskoeffizienten als Funktion der relativen Untersättigung.

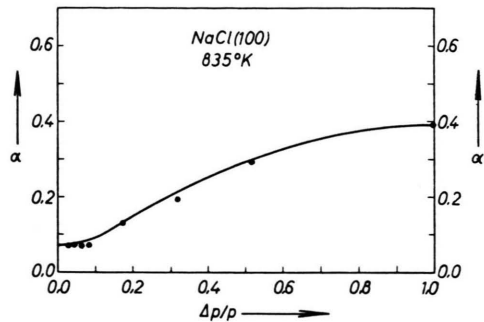


Abb. 3.

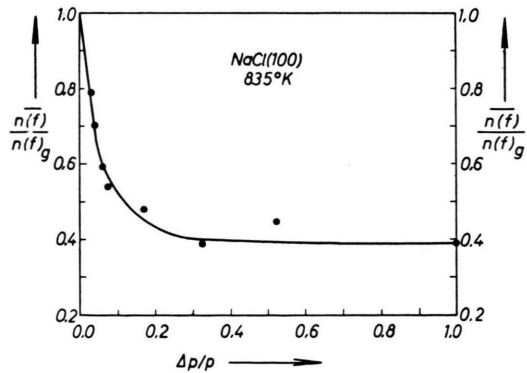


Abb. 4.

Der Kondensationskoeffizient erweist sich als eine von der Untersättigung über der Phasengrenze stark abhängige Größe. Er ändert sich z. B. beim Natriumchlorid um den Faktor fünf. Damit können die Untersuchungen von KNACKE, SCHMOLKE und STRANSKI* als gesichert angesehen werden.

Die Zunahme des Kondensationskoeffizienten müßte mit einer Aufrauhung der Oberfläche verbunden sein. Elektronenoptische Aufnahmen zeigen eine deutliche Abhängigkeit der Mikromorphologie der Oberfläche von den äußeren Verdampfungsbedingungen und ermöglichen es, die mit dem Abdampfungsmechanismus zusammenhängenden Fragen der Oberflächendiffusion, Stufenbildung usw. detaillierter zu diskutieren.