

bis 55%. Die Werte sprechen, sowohl was die Breite als auch die percent reflection betrifft, für extreme Wachstumsgüte des verwendeten Kristallmaterials.

Weiterhin führt der geschilderte Sachverhalt noch auf ein neuartiges Verfahren zur Gewinnung der Einzel-„diffraction pattern“ eines Kristalls allein mittels Doppel-Reflexion, in  $(n^V, -n^V)$ - oder  $(n^V, -n^S)$ -Stellung. Dabei wird das scharfe aus dem ersten Kristall austretende Bündel benützt zur „Abtastung“ des breiteren Eintritts-Reflexionsbereichs des zweiten Kristalls. Abb. 2 zeigt in b) eine auf diese Weise gewonnene „diffraction pattern“ von Ge 111 [(111<sup>V</sup>, -111<sup>S</sup>)-Stellung] und in a) zum Vergleich dieselbe Kurve nach dem früher entwickelten<sup>1</sup> Dreifach-Reflexions-Verfahren mit Hilfe des bereits erprobten, in (2, +2)-Stellung stehenden Calcit-„Monochromator“-Paars. Der Winkel  $\varphi$  beim ersten Kristall in a) betrug 12° ( $\vartheta = 14^\circ$ ). Der DARWIN-EWALDSche Totalreflexions-Winkelbereich liegt für diese Interferenz bei 15,0'' für die  $\sigma$ - und bei 13,3'' für die  $\pi$ -Komponente der Polarisation. Der Hauptvorteil des neuen Verfahrens besteht in einem ganz außerordentlichen Intensitätsgewinn. Wesentlich ist, daß es auch Erfolg verspricht bei sehr scharfen Reflexen, wo das Dreikristall-Verfahren versagt. Für Si 333 z. B. konnte bereits die nur 1,9'' breite diffraction pattern wenigstens in ihren Hauptzügen, vor allem der deutlich ausgeprägten Form-Asymmetrie, registriert werden\*.

<sup>1</sup> M. RENNIGER, Acta Cryst. **8**, 597, [1955]; Naturw. **40**, 50 [1953].

\* Diffraction patterns allein mittels Doppelreflexion wurden auf anderem Wege, nämlich mit  $(n, -n)$ -Stellung, bei der die erste Reflexion im LAUE-Fall unter Ausnutzung des BORRMANN-Effekts erfolgt, bereits früher gewonnen, von G. BROGREN und Ö. ADELL, Ark. Fys. **7**, 97 [1953] sowie

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft habe ich vor allem zu danken für Bereitstellung des größten Teils der verwendeten experimentellen Hilfsmittel. Dr. THEIS, AEG-Forschungsinstitut Frankfurt, stellte mir freundlicherweise das ausgezeichnete Kristallmaterial zur Verfügung.

\* An m. b. d. K O R R.: Herr Prof. HERMANN hat mich noch kurz vor seinem Tod, bei Durchsicht des ihm gezeigten Ms zu vorstehender Notiz, auf einen ihm aufgefallenen, mir bis dahin entgangenen Zusammenhang hingewiesen, der Ausblick auf faszinierende weitere neue Möglichkeiten gibt: Das bei der ersten Reflexion einer  $(n^V, -n^V)$ -Doppelreflexion austretende „scharfe“ (d. h. mit verschärfter  $\theta$ - $\lambda$ -Zuordnung) austretende Bündel ist nicht nur geeignet zur „Abtastung“ des „breiten“ Reflexionsbereichs des zweiten Kristalls, sondern es wird seinerseits durch die zweite V-Reflexion noch weiter verschärft, im gleichen Maß wie durch die erste. Diese Verschärfung kann prinzipiell beliebig weitergetrieben werden durch Anschluß noch weiterer V-Reflexionen. Eine praktische Grenze ist nur zu erwarten durch den in gleichem Maß mit der Reflexionsschärfe anwachsenden Bündel-Querschnitt. — Es drängt sich die Möglichkeit auf, diese mehrfach hintereinandergeschalteten V-Reflexionen an einem einzigen Kristall auszuführen, in den ein geeigneter Kanal eingeschnitten ist. Als zu überwindende Schwierigkeit steht hier allerdings die Verschiedenheit des Brechungs-Einflusses auf die ein- und die austretenden Bündel im Wege. — Ausführlicheres hierzu nach Vorliegen praktischer Ergebnisse.

nach frdl. persönl. Mitteilung durch Prof. BORRMANN von ihm zus. mit K. KOHRA (unveröff.). Ob mit diesem Verfahren bei erträglicher Intensitätsausbeute dieselbe Auflösung zu erreichen ist wie mit dem hier beschriebenen, lassen die bisher zugänglichen wesentlich gröberen Ergebnisse nicht erkennen.

## Beobachtungen an gezielt hergestellten Kristall-Moirés

Von J. DEMNY

Physikalisches Laboratorium Mosbach \*

(Z. Naturforsch. **16 a**, 1111—1113 [1961]; eingeg. am 10. Juli 1961)

Obwohl schon an vielen Stellen Moiré-Erscheinungen geeignet übereinanderliegender Kristallschichten im Elektronenmikroskop beobachtet wurden, ist man doch in fast allen Fällen wegen der starken Orientierungsabhängigkeit mehr oder weniger auf den Zufall angewiesen, derartige Erscheinungen zu erhalten. BASSET, MENTER und PASHLEY<sup>1</sup> erhielten gezielte Verdrehungsmoirés durch kontrolliertes Übereinanderlegen zweier

gleicher einkristalliner epitaxial auf eine Glimmerspaltfläche aufgedampfter Metallfolien, die von verschiedenen Oberflächenbereichen derselben Spaltfläche stammen. Parallel-Moirés gelangen relativ leichter durch zwei auf Glimmer übereinandergedampfte Metallschichten mit nahezu gleichen Gitterkonstanten.

Es soll hier von einer weiteren Methode berichtet werden, dünne Einkristallschichten kontrolliert übereinander zu legen. Dazu dient eine an anderer Stelle<sup>2</sup> beschriebene Doppelobjektkammer (Abb. 1\*), durch die die Objektschleuse eines Elektronenmikroskops ersetzt wird. Es stand dafür ein Elektronenmikroskop des Typs AEG-SDL EM 7 mit zusätzlich eingebauter Feinbereichsbeugung zur Verfügung. Wie bereits berichtet, gestattet die Doppelobjektkammer, zwei Präparate räumlich hintereinander in den Strahlengang des Elektronenmikroskops zu bringen und getrennt zu justieren. An der Verdrehung der beiden Beugungsdiagramme, die gleichzeitig auf dem Leuchtschirm erscheinen, kann nun die gegenseitige Orientierung der beiden Präparate ermittelt bzw. die gewünschte Orientierung durch Drehen eines der Präparate um eine Achse senkrecht zur

\* Angeschlossen der Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (V. 78/61.).

<sup>1</sup> G. A. BASSET, J. W. MENTER u. D. W. PASHLEY, Proc. Roy. Soc., Lond. **A 246**, 345 [1958].

<sup>2</sup> O. RANG u. J. DEMNY, Exp. Techn. Phys. **7**, 208 [1959].

\* Abb. 1 bis 3 und 5, 6 auf Tafel S. 1112 a, b.



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.

Folien normale eingestellt werden. Der Abstand der beiden Präparate beträgt dabei schätzungsweise weniger als  $1/10$  mm. Nach dieser Justierung senkt man das obere Präparat auf das untere, bis beide sich berühren und aneinander haften. Dann trennt man beide Präparate wieder voneinander und kann durch Bewegung der Objekte entscheiden, auf welchem beide Folien schließlich liegen.

Als Untersuchungsmaterial dienen Glimmerschichten von einigen  $100 \text{ \AA}$  Dicke. Sie wurden auf Mehrlochblenden des Siemens-Elmiskops aufgelegt, um sie — nach dem Übereinanderlegen im EM 7 — im Elmiskop auf Moirés untersuchen zu können. Die Mehrlochblenden wiederum wurden in für die Doppelobjektkammer geeigneten Haltern befestigt.

Beim Justieren der noch getrennt übereinanderliegenden Glimmerfolien konnte sehr instruktiv die durch Doppelreflexion entstehende Überstruktur in den Beugungsdiagrammen beobachtet werden. Diese Erscheinungen wurden z. B. von HIBI<sup>3</sup> und von RANG<sup>4</sup> sowie von STABENOW<sup>5</sup> an spiralig übereinander gewachsenen Glimmer- bzw. Molybdändisulfidkristallen beobachtet. Diesen Effekt kann man nun hier beim Justieren der noch getrennt übereinanderliegenden, gegeneinander frei beweglichen Glimmerfolien in allen möglichen Zwischenstufen verfolgen. Früher<sup>2</sup> wurden bereits derartige — allerdings nicht voll befriedigende — Beugungsdiagramme zweier Goldkristalle gezeigt. Es sollen daher hier noch einige bessere Beispiele angeführt werden.

Geht man von der genau gleichen Orientierung (Abb. 2 a) beider Glimmer-Einkristalle aus, so spalten sich bei geringfügigem Verdrehen beider Kristalle die einzelnen Reflexe sofort in eine Vielzahl von Satelliten auf (Abb. 2 b), die sich beim Weiterdrehen auf Kreisen bewegen, deren Mittelpunkte die Hauptreflexe sind. Bei gewissen diskreten Verdrehungswinkeln entstehen so neue symmetrische Beugungsdiagramme (Abb. 2 c und 2 d). Nähert man sich dem  $60^\circ$ -Winkel (man kann Glimmer in genügender Näherung hier als hexagonal auffassen), dann streben alle Satelliten wieder auf die Hauptreflexe zu.

Zur Erhaltung von Verdrehungs-Moirés bringt man nun die beiden Beugungsbilder praktisch zur Deckung (Abb. 2 a). Naturgemäß treten dann so kleine Winkelabweichungen auf, daß sie für die Entstehung von Moirés brauchbar sind. Abb. 3 a zeigt links ein solches Moiré der (200)-Ebenen von Glimmer mit einer Periode von  $283 \text{ \AA}$ , entsprechend einem Verdrehungswinkel von  $9 \cdot 10^{-3}$ .

Entlang des rechts daneben liegenden schwächeren Reflexbandes erkennt man ein weiteres Moiré mit der halben Periode des ersten. Interessanterweise ist diesem Moiré noch eine Intensitätsschwankung mit der vollen Periode überlagert.

Das kann auf folgende Weise gedeutet werden. Die Dunkelfeldabbildung zeigt, daß der starke Reflex —

wie schon oben erwähnt — ein (200)-Reflex und der schwächere ein (400)-Reflex ist (Abb. 3 b, c). Nun erscheint, wie ein Vergleich von Abb. 3 b mit Abb. 3 c zeigt, im Dunkelfeldbild des (200)-Reflexes ein schwächeres Moiré gleicher Periode in genau demselben Gebiet, in dem die Kristalle in den (400)-Reflex streuen. Dieses schwächere Moiré ist offenbar dem ersten Nebenmaximum des 200-Reflexes zuzuordnen. Es überlagert sich mit dem Moiré halber Periode des (400)-Reflexes zu der in Abb. 3 a beobachteten Erscheinung. Schätzt man die Intensitäten der beiden sich überlagernden Reflexe ab, so erhält man durchaus miteinander vergleichbare Werte. Setzt man die Intensität des 200-Reflexes gleich 1, so ist die des ersten Nebenmaximums gleich  $4/9 \pi^2 \approx 1/22$  und die des 400-Reflexes gleich  $1/16$ , wenn man bei letzterer nur den RUTHERFORD-Faktor der Intensitätsformel berücksichtigt, und wenn man annimmt, daß die beiden Reflexionen unabhängig voneinander sind, also keine merkliche Schwächung erleiden. Beide Intensitäten unterscheiden sich damit etwa um den Faktor 1,4. Die resultierende Intensitätsverteilung ist also durch Addition der beiden Kurven  $I_1 \triangleq \cos^2 x$  und  $I_2 \triangleq 1,4 \cos^2 2x$  gegeben. In Abb. 4 a sind die beiden Kurven und ihre Summe aufgetragen.

Abb. 4 b zeigt einen Ausschnitt aus der Photometerkurve der Originalaufnahme\*. Allerdings ist nur ein qualitativer Vergleich mit Abb. 4 a möglich, da nur der prinzipielle Verlauf beider Kurven übereinstimmt. Das mag einerseits daran liegen, daß die oben angegebene Näherung für die Beschreibung der Erscheinung nicht ausreicht; andererseits mußte man an der Grenze des Auflösungsvermögens des Photometers arbeiten. Die Photometrierung von Vergrößerungen des Originals brachte wegen zunehmender Härte der Kopien keine besseren Ergebnisse.

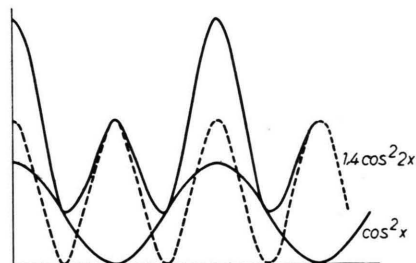


Abb. 4 a. Theoretische Kurve der Intensitätsmodulation in Abb. 3 a.

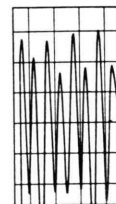


Abb. 4 b. Photometerkurve dazu.

In Abb. 3 a erkennt man, daß das Moiré des Nebenmaximums gegenüber dem des Hauptmaximums um eine halbe Periode verschoben ist. Diesen Effekt haben HASHIMOTO, NAIKI und MANNAMI<sup>6</sup> bereits beschrieben und seinen dynamischen Ursprung hergeleitet.

Die Tatsache, daß das erste Nebenmaximum des (200)-Reflexes dort erscheint, wo der Kristall auch in

<sup>3</sup> T. HIBI, Nature, Lond. **175**, 475 [1955].

<sup>4</sup> O. RANG, Z. Phys. **152**, 194 [1958].

<sup>5</sup> J. STABENOW, Z. Kristallogr. **112**, 289 [1959]; Z. Phys. **156**, 503 [1959].

\* Ich danke Herrn Dipl.-Phys. HELMUT GÄRTNER vom Physikalischen Institut der Technischen Hochschule Darmstadt für die Aufnahme der Photometerkurve.

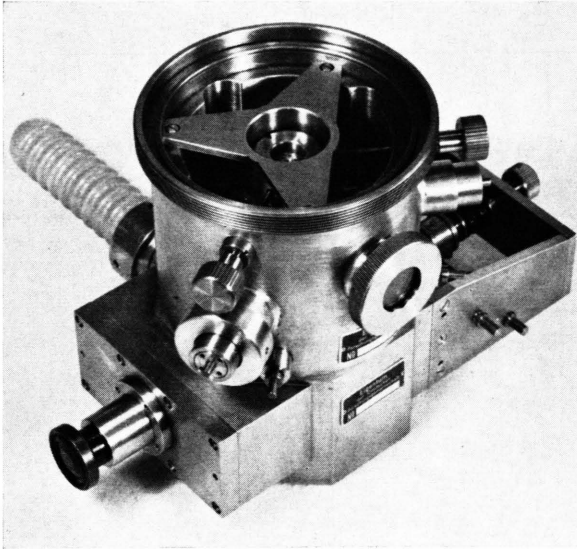


Abb. 1. Doppelobjektkammer.

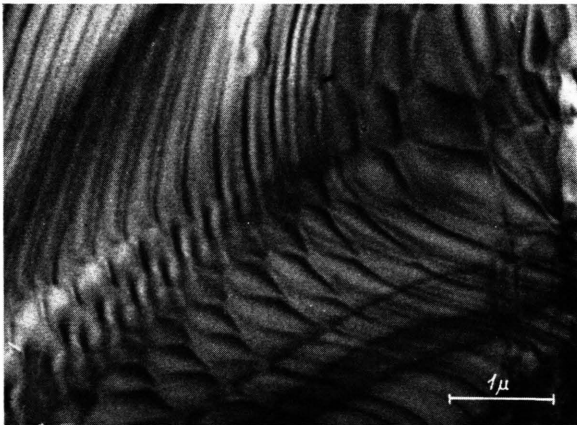


Abb. 5. Versetzungsnetzwerk in Glimmer.

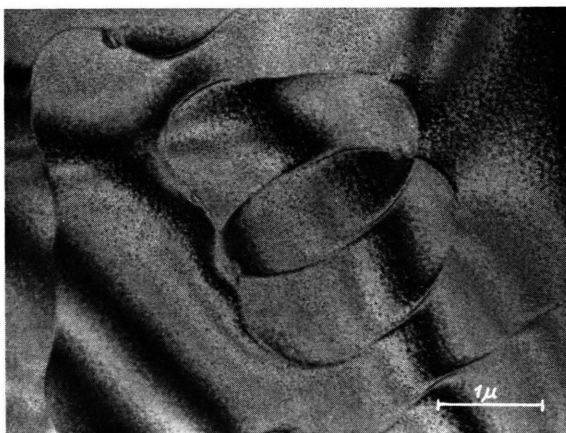
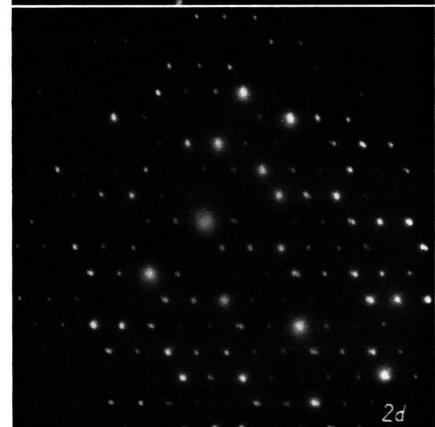
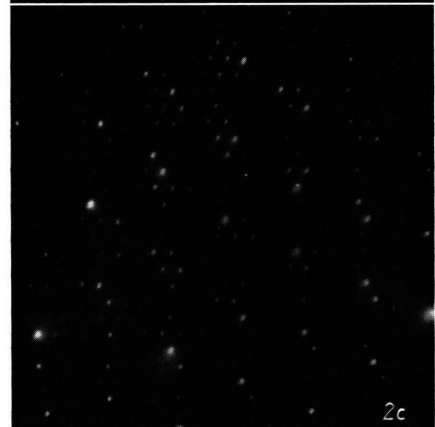
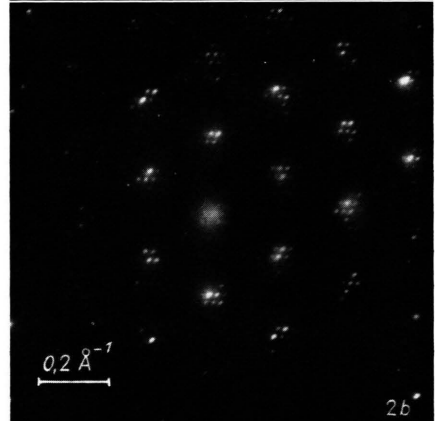
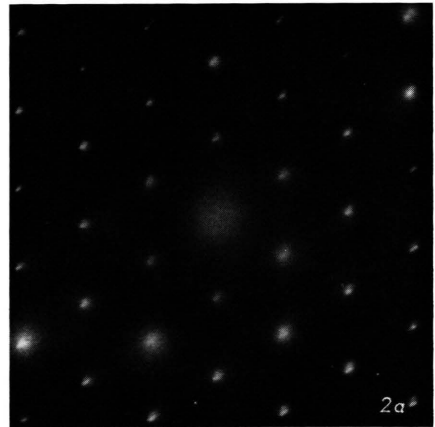


Abb. 6. Versetzungsschleifen in Glimmer.

Abb. 2 a—d. Überstruktur im Beugungsbild zweier getrennt übereinanderliegender Glimmerkristalle in Abhängigkeit vom Verdrehungswinkel. →





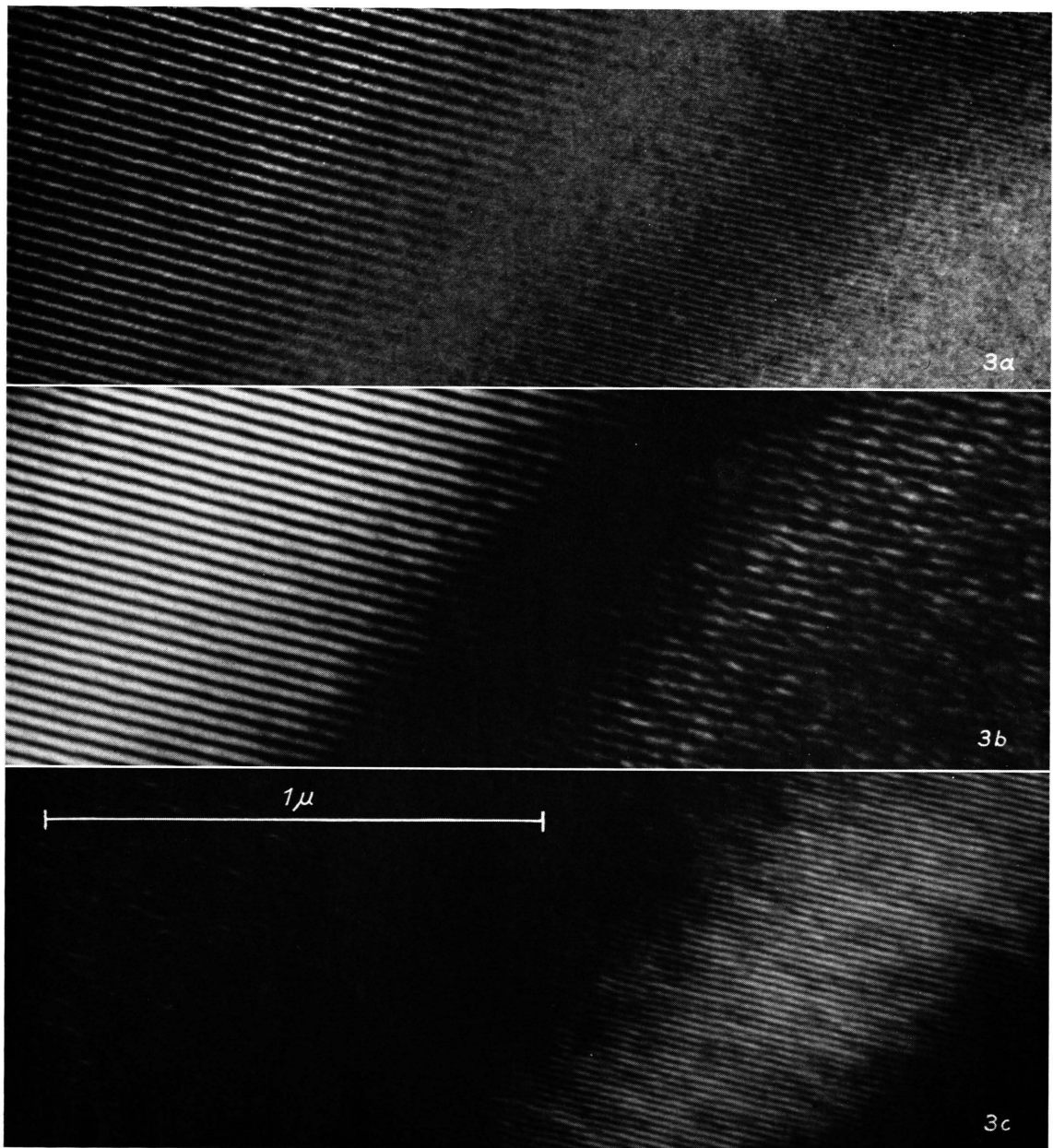


Abb. 3 a. (200)-Moiré (links) und (400)-Moiré mit Intensitätsmodulation (rechts) auf Glimmerkristallen.

Abb. 3 b, c. Dunkelfelder von Abb. 3 a. b) (200)-Reflex; c) (400)-Reflex.

den (400)-Reflexen streut, hat nicht nur die beschriebene Intensitätsmodulation zur Folge, sondern sie gestattet auch, die Dicke der Glimmerschichten leicht zu berechnen.

Die Formel

$$N_{\varepsilon}/N = \sin^2[\pi(D/d)n\varepsilon]/[\pi(D/d)n\varepsilon]^2$$

beschreibt nämlich — nach der geometrischen Theorie, die hier als Näherung ausreicht — die Energieverteilung im reflektierten Strahl als Funktion des Winkels  $\varepsilon$ , der die Abweichung von der durch  $\vartheta$  in der Formel

$$n\lambda = 2d \sin \vartheta/2$$

definierten BRAGG-Richtung angibt. ( $N$ : Zahl der Elektronen bei Streuung unter dem BRAGG-Winkel,  $N_{\varepsilon}$ : bei Streuung unter einem um den Betrag  $\varepsilon$  abweichenden Winkel,  $D$ : Dicke des Präparates,  $d$ : Netzebenenabstand;  $n$ : Ordnung der Interferenz.) Das erste Nebenmaximum tritt auf für

$$\pi(D/d)n\varepsilon = 4,37.$$

$\varepsilon$  ist nun in diesem Fall

$$(\vartheta_{400} - \vartheta_{200})/2 = \vartheta_{200}/2 = 0,0081,$$

<sup>6</sup> H. HASHIMOTO, T. NAIKI u. M. MANNAMI, IV. Internat. Kongr. f. Elektr.-Mikr. Berlin 1958, S. 331 (1960).

da  $d_{200} = 2,58 \text{ \AA}$  und  $\lambda = 0,0418 \text{ \AA}$ . Mit diesen Werten ergibt sich  $D = 440 \text{ \AA}$ .

Wie die Abb. 3 und andere derartige Moiré-Bilder zeigen, ist Glimmer über relativ große Gebiete frei von Versetzungen. Das legt nahe, diesen Stoff als fehlerfreie Vergleichssubstanz nach der beschriebenen Methode mit anderen geeigneten Materialien zu kombinieren und dadurch aus den zu erwartenden Moirés Aussagen über Gitterfehler anderer Stoffe zu erhalten. An einigen Stellen findet man jedoch auch in Glimmer ausgedehnte Versetzungsnetzwerke (Abb. 5), die auch von SUGAR<sup>7</sup> beobachtet wurden, sowie Versetzungsschleifen (Abb. 6). Es handelt sich dabei aber vornehmlich um leicht erkennbare Versetzungslinien, die in der Basisebene, der (001)-Ebene des Glimmergitters, verlaufen. Sie lassen sich somit deutlich von den Versetzungen unterscheiden, die sich im Moiré als eingeschobene Linien bemerkbar machen. Letztere sind dann dem anderen mit dem Glimmer kombinierten Material zuzuordnen.

Wir danken der Arbeitsgemeinschaft für Elektronenoptik, der Deutschen Forschungsgemeinschaft sowie den Wirtschaftsministerien des Bundes und des Landes Baden-Württemberg für ihre Unterstützung.

<sup>7</sup> I. SUGAR, Z. Naturforschg. 16 a, 221 [1961].

## Eine Streckgrenzen- und Alterungserscheinung bei reinem Nickel

Von E. MACHERAUCH, K. KOLB und H. CHRISTIAN

Institut für Metallphysik am Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart

(Z. Naturforschg. 16 a, 1113—1114 [1961]; eingeg. am 11. August 1961)

Bei Verformungsversuchen von vielkristallinem, reinem Nickel wurden Streckgrenzen- und Alterungseffekte beobachtet. Das Untersuchungsmaterial vom Reinheitsgrad 99,8% Ni besaß die folgenden Verunreinigungen: 0,046% C, 0,04% Fe, 0,015% Co und Spuren von Cu, Mg, Mn und S. Gasanalysenwerte lagen nicht vor. Im einzelnen ergaben sich folgende Befunde:

1. Bei Zugverformung tritt eine ausgeprägte Streckgrenze auf, die mit sinkender Verformungstemperatur und abnehmender Kristallitgröße ansteigt. Die Streckgrenze nimmt proportional  $d^{-1/2}$  ( $d$  = mittlerer Kristallitdurchmesser), die Länge des Fließbereiches mit abnehmender Temperatur und abnehmender Kristallitgröße zu. Abb. 1 gibt bei einer Kristallitgröße von  $30 \mu$  die beobachtete Temperaturabhängigkeit der Streckgrenzenerscheinungen wieder.

2. Bis zum Ende des Fließbereiches verformte Zugproben zeigen bei Wiederbelastung normales Einmünden in die Verfestigungskurve wie ohne Zwischenentlastung verformte Proben. Bei Raumtemperatur bis zum Ende des Fließbereiches verformte Zugproben ergeben nach hinreichender Auslagerung bei höheren Tem-

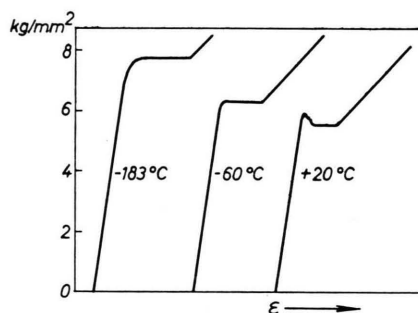


Abb. 1. Abhängigkeit der Streckgrenzenerscheinung von der Versuchstemperatur bei einer Kristallitgröße von  $30 \mu$ .

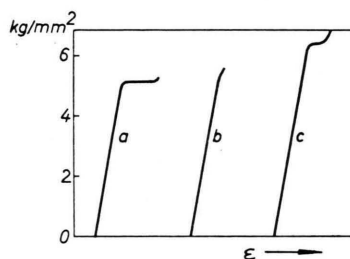


Abb. 2. Spannungs-Dehnungskurve einer Nickelprobe; a) im Ausgangszustand; b) nach sofortiger Wiederbelastung (es erfolgt an der Stelle ein Einmünden in die Verfestigungskurve, wo Kurve a abgebrochen wurde); c) nach 2-stdg. Auslagerung bei  $200^\circ\text{C}$ .