

Elektronenmikroskopische Untersuchungen an sehr dünnen Glimmerfolien

I. Versetzungen in Glimmer und ihre Kontraste*

Von J. DEMNY

Aus dem Physikalischen Laboratorium Mosbach **
und dem I. Physikalischen Institut der Universität Gießen

(Z. Naturforsch. 18 a, 1088—1096 [1963]; eingegangen am 29. Juli 1963)

An Versetzungen in dünnsten Glimmerfolien werden im Elektronenmikroskop verschiedene Kontrasteffekte beobachtet. An Versetzungen mit Stufenanteil erleidet die Folie einen Knick, erkennbar an Reflexverschiebungen. Unabhängig vom Charakter der Versetzung treten in den Dunkelfeldern verschiedener Reflexe g mehrere Intensitätsmaxima auf. Ihre Zahl M ergibt sich aus der empirisch gefundenen Regel $M = |g \cdot b| - 1$, wobei b der BURGERS-Vektor ist. Diese Regel kann auch aus der kinematischen Theorie der Elektronenbeugung abgeleitet werden. Es wird ferner die Abhängigkeit des Kontrastes von der Entfernung vom Hauptreflex, von der Foliendicke und von der Lage der Versetzungen in der Folie behandelt.

Bei elektronenmikroskopischen Untersuchungen an Versetzungen in sehr dünnen Folien des Glimmers „Muskowit“ werden zahlreiche Kontrasteffekte beobachtet, die sich von denen an Versetzungen in dünnen Metallschichten unterscheiden. In bezug auf die elektronenmikroskopische Durchstrahlung bestehen zwischen Glimmer und den Metallen wesentliche Unterschiede. Glimmer kann man im allgemeinen in dünnern Schichten erhalten als die Metalle. Daher ist die Streuung der Elektronen in diesen Folien geringer. Die niedrigen Ordnungszahlen der das Gitter aufbauenden Atome wirken sich in gleicher Weise aus. Damit hängt auch zusammen, daß die Extinktionstiefe etwa um den Faktor 10 größer ist als bei den Metallen, was andere Erscheinungen erwarten läßt. Wegen der relativ großen Netzebenenabstände im Glimmer ist der Punktreichtum des im Elektronenmikroskop sichtbaren Beugungsbildes größer. Dadurch können Versetzungen auch leicht in Reflexen höherer Ordnung beobachtet werden. Die Untersuchungen wurden mit dem Siemens-Elmiskop I bei 80 kV Strahlspannung durchgeführt.

Es soll hier vor allem gezeigt werden, daß die kinematische Theorie der Elektronenbeugung für alle an Versetzungen in Glimmer auftretenden Kontraste eine gute Näherung darstellt.

A. Dickenbestimmung der Präparate

Die sehr dünnen Präparate wurden durch Spalten des Glimmers mit Pinzetten unter einem schwach

vergrößernden Mikroskop erhalten. Sie erscheinen im durchgehenden Licht blaugrau bis hellgrau. Die Spaltung von Hand ist zwar eine sehr zeitraubende, jedoch die aussichtsreichste Methode, derartige Objekte auch in genügender Größe zu erhalten.

Zur Dickenbestimmung wurde im Prinzip das Verfahren von RANG¹ angewendet². Die Reflexion der Elektronen an den Netzebenen dünner Kristall schichten tritt nicht nur in der BRAGG-Lage der Netzebenen ein, sondern auch noch bei davon abweichen den Neigungen, so daß im Dunkelfeld neben dem Hauptreflex periodisch Nebenmaxima und Minima erscheinen. Die Lage der Minima wird durch die Formel

$$\varepsilon = m \cdot \frac{d}{D} \quad (m = 1, 2, 3, \dots) \quad (1)$$

beschrieben (ε : Winkelabweichung der Netzebenen von der BRAGG-Lage, d : Netzebenenabstand, D : Präparatdicke). Erscheinen nun im Hellfeld ein Reflex (z. B. 110) und der dazugehörige negative Reflex (110) nebeneinander im Abstand a , so erfährt man aus dem Dunkelfeld, welches Nebenmaximum oder Minimum im gleichen Abstand a vom Hauptreflex verläuft. Damit ist der Wert m bestimmt sowie auch der Winkel ε , der dann gleich dem BRAGG-Winkel ϑ der in Frage kommenden Netzebenen ist. Aus (1) ergibt sich dann D . Die Dicken der untersuchten Präparate wurden so zu 400—800 Å bestimmt.

* 1. Teil von D 26.

** Angeschlossen der Techn. Hochschule Karlsruhe und der Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (V 91/63).

¹ O. RANG, Optik 10, 90 [1953].

² J. DEMNY, Z. Naturforsch. 16 a, 1111 [1961].



B. Entstehung der Versetzungen und ihre Burgers-Vektoren

Versetzungslinien in Glimmer wurden bereits von mehreren Autoren nachgewiesen²⁻⁵. In den hier untersuchten Präparaten findet man oft Anhäufungen von mehr als hundert Versetzungen, die sich in der Umgebung von Rissen bisweilen weit in das Material hinein erstrecken (Abb. 1*). Abb. 2 zeigt, daß die Entstehung der Versetzungen mit der Rißbildung eng gekoppelt ist. Die an der Spitze S des davonlaufenden Risses sich bildenden Versetzungen begleiten ihn gleichsam wie eine „Kopfwelle“. Die Versetzungen haben – wie aus anderen Bildern hervorgeht – zu beiden Seiten des Risses verschiedene BURGERS-Vektoren und beginnen und enden an ihm. Der Riß reicht nur bis zu einer gewissen Tiefe der Glimmerfolie, erkennbar an Reflexen, die bei Überquerung des Risses nicht unterbrochen sind (Abb. 1). Diese Tatsachen lassen folgenden Mechanismus der Entstehung der Versetzungen als möglich erscheinen.

Durch geeignete Kräfte, die beim Spalten des Materials sicher auftreten können, werden nach Abb. 3 a zwei Versetzungen V und V' gebildet, die auf der Basisebene nach verschiedenen Seiten gleiten und dazwischen ein Gebiet mit versetzungsgleichem Charakter zurücklassen. Unter weiterer Krafteinwirkung weicht der Kristall den durch die Gitterverzerrungen auftretenden Spannungen durch Bildung eines „Elementarrisses“ aus (Abb. 3 b). Von den Ecken A und A' aus können weitere Versetzungen unter Verbreiterung des Spaltes Sp auf der Gleitebene G in den Kristall wandern (Abb. 3 c). Durch diese Abgleitung wird der Spalt Sp schließlich groß genug und im Elektronenmikroskop als feiner Riß sichtbar (Abb. 1).

Die BURGERS-Vektoren wurden nach der bekannten Methode⁶ aus den Reflexen bestimmt, die kei-

nen bzw. nur einen sehr schwachen Kontrast an den Versetzungen zeigen. Es wurden nur die drei kleinsten in der Basisebene des monoklinen Muskowitgitters liegenden Gittervektoren $\frac{1}{2}[110]$, $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$ und [100] als BURGERS-Vektoren gefunden, wobei der letzte seltener auftritt als die beiden ersten. Alle Versetzungen liegen in der Basisebene des Glimmers.

C. Knickkontrast

Wie aus Abb. 1 hervorgeht, werden die BRAGG-Reflexe an den Versetzungen verschieden beeinflußt. Man kann dabei zwei Haupttypen unterscheiden: 1. Die Reflexe erleiden nach Abb. 4 a, b durch die Versetzung eine Verschiebung; 2. die Reflexe werden nach Abb. 4 c zu beiden Seiten der Versetzung in charakteristischer Weise ausgelenkt („normaler“ Beugungskontrast). Seiner Ursache wegen, der im folgenden behandelt wird, soll der erste Typ „Knickkontrast“ genannt werden.

Man findet Reflexverschiebungen nach Abb. 4 a, b nur an Versetzungen mit Stufenanteil, während reine Schraubenversetzungen keine Verschiebung bzw. den normalen Beugungskontrast zeigen (Abb. 4 c). Die Reflexverschiebung bedeutet, daß diesseits und jenseits der Versetzung die reflektierenden Netzebenen und damit das gesamte Gitter etwas gegeneinander verdreht sind, d. h. daß durch eine Stufenversetzung die dünne Kristallfolie nach Abb. 5 a leicht geknickt wird. Das wird aus der unsymmetrischen Kräfteverteilung um eine Stufenversetzung herum verständlich (Abb. 5 b). Der Knickwinkel α läßt sich leicht berechnen. Nach Abb. 5 a wird der Kristall um eine zur Versetzungslinie parallele Achse gekippt. Für Netzebenen, die mit der Versetzungslinie den Winkel β bilden, hat das eine Verkipfung um den Winkel $\alpha \cos \beta$ zur Folge. Diesen Winkel erhält man

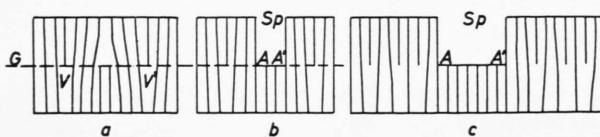


Abb. 3. Modellvorstellung zur Entstehung von Rissen in Glimmer durch Abgleitung.

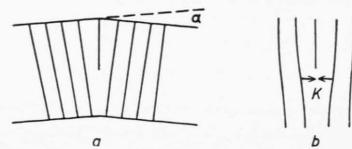


Abb. 5 a, b. Modellvorstellung zur Entstehung eines Knickes in einer Kristallfolie durch eine Stufenversetzung.

³ S. AMELINCKX u. P. DELAVIGNETTE, Nature, Lond. **185**, 603 [1960].

⁴ I. SUGAR, Z. Naturforsch. **16 a**, 221 [1961].

⁵ E. C. H. SILK u. R. S. BARNEs, Acta Met. **9**, 558 [1961].

* Abb. 1, 2, 4 a-c, 8, 11, 14, 17, 19 und 20 auf Tafel S. 1092 a, b.

⁶ M. J. WHELAN, J. Inst. Metals **87**, 392 [1959].

aber nach (1) als Winkel ε aus den Dunkelfeldbildern. In Abb. 4 a stößt nämlich der eine Ast des (200)-Reflexes an der Versetzungslinie zwischen das erste Nebenmaximum und das zweite Minimum des anderen Astes. Genau wie bei der Bestimmung der Kristalldicke wird diese Lage durch einen bestimmten Wert m der Gl. (1) charakterisiert. In Abb. 4 a ist $m = 1,8$. Gegenüber dem Elektronenstrahl sind also die (200)-Ebenen links und rechts von der Versetzung nach (1) um den Winkel $\varepsilon = 1,8 \cdot d/D$ gekippt. Mit $D = 400 \text{ \AA}$ und $d = 2,58 \text{ \AA}$ ergibt sich $\varepsilon = 1,16 \cdot 10^{-2}$ und $\alpha = \varepsilon / \cos \beta = 1,8 \cdot 10^{-2}$, da für die (200)-Ebenen in Abb. 4 a $\beta = 50^\circ$ ist. Die entsprechende Rechnung für den (060)-Reflex der Abb. 4 b liefert $\alpha = 1,9 \cdot 10^{-2}$, also ungefähr denselben Wert. Der Winkel γ zwischen BURGERS-Vektor und Versetzungslinie beträgt in dem berechneten Beispiel 83° , es liegt also fast eine reine Stufenversetzung vor. Wird der Winkel γ kleiner, nimmt der Stufenanteil immer mehr ab. Die Knickwinkel α nehmen dann ebenfalls kleinere Werte an, bis sie schließlich für eine reine Schraubenversetzung null werden. Es wurden noch Knickungen bei Winkeln γ bis herunter zu 15° durch die Reflexverschiebungen nachgewiesen.

An Kleinwinkelkorngrenzen (mehrere übereinanderliegende Stufenversetzungen) in dickeren Kristallen treten ähnliche Verkipplungen der Netzebenen auf. Man kann daher sagen, daß in einer sehr dünnen Kristallfolie schon eine einzige Stufenversetzung eine Kleinwinkelkorngrenze bildet.

Die beiden Intensitätsmaxima zwischen den zwei Ästen des (060)-Reflexes der Abb. 4 b beruhen auf dem im folgenden Abschnitt behandelten Beugungskontrast.

D. Zur kinematischen Theorie des Beugungskontrastes an Versetzungen in Glimmer

Unabhängig vom Charakter der Versetzungen werden neben den einfachen Kontrasten (Abb. 4 a und 4 c) in Reflexen vielfach mehrere Intensitätsmaxima beobachtet (Abb. 1 und 4 b). Die systematische Untersuchung einer großen Zahl von Versetzungen mit allen möglichen BURGERS-Vektoren b in verschiedenen Reflexen g führte zu der bereits mit-

geteilten Regel⁷, daß die Zahl der Zusatzmaxima $M = n - 1$ ($n \geq 1$) ist, wobei $n = |g \cdot b|$ ist. Zur Erklärung dieser Regel und anderer Kontrasteffekte kann mit gutem Erfolg die kinematische Theorie der Elektronenbeugung nach HIRSCH, HOWIE und WHELAN⁸ herangezogen werden. Man zerlegt dazu die Kristallfolie in „Säulen“ S (Abb. 6) von atomarem Durchmesser und der Höhe D und addiert die von den einzelnen Säulenelementen Δz (Elementarzellen) reflektierten Elektronenwellen unter Berücksichtigung ihrer gegenseitigen Phasenverschiebung in einem Amplituden-Phasen-Diagramm.

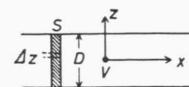


Abb. 6. Schnitt durch Kristallfolie mit Versetzung V in der Mitte.

Für eine beliebige Versetzung parallel zur Oberfläche lauten die Phasenwinkel nach⁹

$$\varphi(z) = n \operatorname{arctg} \frac{z}{x} + \frac{3}{8} g \cdot b_e \sin \left\{ 2 \operatorname{arctg} \frac{z}{x} \right\} + 2 \pi s z. \quad (2)$$

Dabei ist b_e die Stufenkomponente der Versetzung, s gibt die Abweichung von der genauen BRAGG-Lage an, wobei

$$\varepsilon = s d \quad (3)$$

gilt. Berechnet man für eine genügende Anzahl z -Werte des Intervalls $-D/2 \leq z \leq +D/2$ die Phasenwinkel bei konstantem x , so liefert die graphische Summation

$$A \sim \sum \exp[i \varphi(z)] \Delta z \quad (4)$$

die Amplitude der Elektronenwelle, die eine Säule S im Abstand x von der Versetzung verläßt. Variiert man noch x , so erhält man mit $A^2(x)$ die Intensitätsverteilung im Dunkelfeld rechts und links der Versetzung.

1. Die Bedeutung der Größe s

Die kinematische Theorie gilt nur für $s \geq 1/D_0$, wobei D_0 die Extinktionstiefe ist, d. h. daß kinematisch nur ab einer bestimmten Entfernung von der Reflexmitte ($s = 0$) gerechnet werden darf. Ein anschauliches Maß für diesen Abstand liefern die den gleichen Winkel ε enthaltenden Gl. (1) und (3), aus denen

$$m = D/D_0 \quad (5)$$

⁷ J. DEMNY, Z. Naturforsch. **18 a**, 261 [1963].

⁸ P. B. HIRSCH, A. HOWIE u. M. J. WHELAN, Phil. Trans. Roy. Soc., Lond. A **252**, 499 [1960].

⁹ A. HOWIE u. M. J. WHELAN, Proc. Roy. Soc., Lond. A **267**, 206 [1962].

folgt, wenn für s der höchstens zulässige Wert $1/D_0$ eingesetzt wird. Bei Kenntnis von D und D_0 erhält man also als relatives Maß für den Abstand von der Reflexmitte die Größe m .

Hier ergibt sich ein wesentlicher Unterschied zwischen den Metallen und Glimmer. Die Extinktionsstiefen in den niederen Reflexen der Metalle sind von der Größenordnung einiger hundert Å, während die Kristalldicken 500–1000 Å und mehr betragen. Nach (5) wird also $m > 1$, d. h. es kann kinematisch nur außerhalb des ersten Minimums gerechnet werden. Dagegen sind die Extinktionstiefen in Glimmer, der vorwiegend die leichten Elemente Sauerstoff und Silicium enthält, von der Größenordnung einiger tausend Å, während die Schichtdicken nur einige hundert Å betragen. Für $D = 500$ Å und $D_0 = 2000$ Å (4000 Å) wird $m = \frac{1}{4}(\frac{1}{8})$, d. h. es darf noch in einem Abstand vom Hauptreflex kinematisch gerechnet werden, der nur $\frac{1}{4}(\frac{1}{8})$ des Abstandes des ersten Minimums vom Hauptreflex beträgt. Für Glimmer ist es also berechtigt zu sagen, daß mit der kinematischen Theorie die Intensitätsverteilung ungefähr entlang der Hauptreflexe bestimmt wird, im Gegensatz zu den Metallen, bei denen nur außerhalb der Hauptreflexe kinematisch gerechnet werden darf.

2. Amplituden-Phasen-Diagramm für verschiedene Werte von n

Zur Bestimmung der Intensitätsprofile wurden bei jeweils konstantem n die Amplituden-Phasen-Diagramme für zahlreiche x -Werte konstruiert. Dabei wurde der Einfachheit halber – bis auf den Fall $n=0$ – Schraubencharakter der Versetzungen angenommen [$b_e=0$ in Gl. (2)]. Da nach Abb. 6 die Versetzungen in der Mitte der Folie im Koordinatenursprung liegen sollen, variiert z bei einer mittleren Dicke der Glimmerfolie von 600 Å von –300 Å bis +300 Å. Für eine genügende Anzahl z -Werte dieses Intervalls wurden die Phasenwinkel nach (2) berechnet, wobei aus den oben erläuterten Gründen $s=1/D_0$ gesetzt wurde. Die graphische Summation nach (4) liefert die gesuchten Amplituden und Intensitäten. Ein bestimmter Wert n ergibt sich durch Multiplikation von b mit verschiedenen Reflexvektoren g . Ihnen wurde stets ein gemeinsamer mehr oder weniger geschätzter Wert D_0 zugeschrieben, und zwar für $n=0$ und $n=1$ der Wert $D_0=1500$ Å und für $n=2, 3, 4$ die Werte $D_0=2000$ Å, 3000 Å, 4000 Å. Man begeht dadurch nur einen unbedeutenden Fehler.

$n=0$. Für $g \cdot b=0$ gibt es nach (2) keinen Kontrast, wenn eine reine Stufen- ($b=b_e$) oder eine reine Schraubenversetzung ($b_e=0$) vorliegt⁹. Es wird daher angenommen, daß Versetzungslinie und BURGERS-Vektor einen Winkel von 45° miteinander bilden. Der Winkel zwischen BURGERS-Vektor und der Stufenkomponente des BURGERS-Vektors beträgt dann ebenfalls 45°. Für $g=(\bar{1}10)$ und $b=\frac{1}{2}[110]$ gilt für das Muskowitzgitter näherungsweise $g \cdot b_e = -\frac{1}{2}$, so daß in (2) neben dem Ausdruck $2\pi s z$ für den ungestörten Kristall noch das Störglied $-\frac{3}{16} \sin\{2 \arctg z/x\}$ auftritt. Damit berechnete Amplituden-Phasen-Diagramme für einige x -Werte sind in Abb. 7 a in einem rechtwinkligen Koordinatensystem eingetragen. Es sind hier – wie auch für die folgenden n -Werte – immer nur die Diagramme für eine Kristallhälfte ($z \geq 0$) konstruiert, da die der anderen Kristallhälfte ($z \leq 0$) jeweils symmetrisch zur η -Achse liegen. Alle Diagramme haben also die gleiche Länge von $D/2=300$ Å. Die $|\xi|$ -Koordinaten ihrer Endpunkte sind eine Maß für die gestreuten Amplituden in den verschiedenen Abständen x von der Versetzung. Da das Störglied sowohl für $x \rightarrow \pm \infty$ als auch für $x \rightarrow 0$ verschwindet, fallen diese Amplituden-Phasen-Diagramme zusammen. Wächst $|x|$ langsam an, so entfernen sich die Dia-

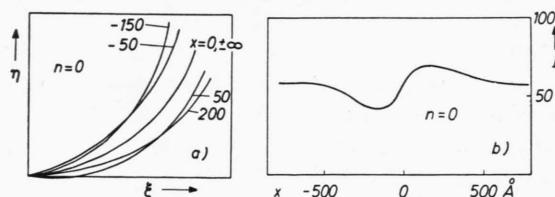


Abb. 7. a) Amplituden-Phasen-Diagramm für verschiedene Entferungen x von einer Versetzung im Fall $n=0$. b) Intensitätskurve zu a). (Die Intensität ist hier wie auch in den folgenden Intensitätskurven in willkürlichen Einheiten angegeben.)

gramme mehr und mehr von dem für $x=0$ bis zu einem maximalen Betrag, nähern sich dann mit weiter zunehmenden $|x|$ wieder dem Diagramm für $x=0$, mit dem schließlich die für $x \rightarrow \pm \infty$ zusammenfallen. Die Kurve der Abb. 7 b, in der die Intensität (ξ^2) als Funktion von x aufgetragen sind, gibt die Intensitätsverteilung zu beiden Seiten der Versetzung wieder. Sie stimmt gut überein mit dem im Dunkelfeld beobachteten Kontrast der Abb. 8, in der vor allem das Intensitätsminimum zu erkennen ist.

n = 1. Abb. 9 a zeigt die Amplituden-Phasen-Diagramme für verschiedene x -Werte im Fall $n = 1$ und $b_e = 0$ (Schraubenversetzung). Läuft $x \rightarrow \infty$, so verschwindet der erste Summand in (2), man befindet sich im ungestörten Kristallgebiet. Nähert man sich vom Positiven her dem Wert $x = 0$ ($x \rightarrow 0+$), so wird der erste Summand in (2) schließlich $+\pi/2$.

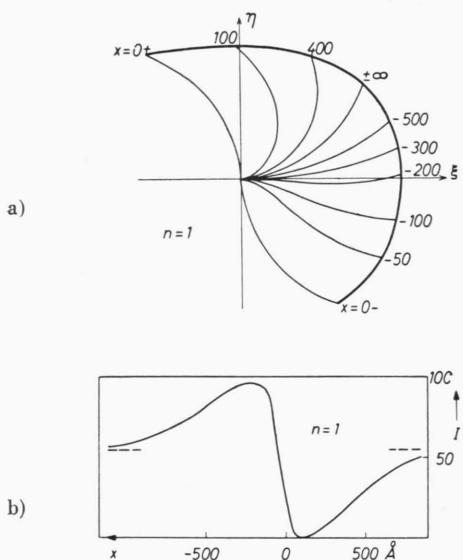


Abb. 9. a) Wie Abb. 7 a), jedoch $n=1$;
b) Intensitätskurve zu a.).

Die einzelnen Phasenwinkel sind also um 90° größer als die entsprechenden für $x \rightarrow \infty$, d. h. die beiden Diagramme sind gegeneinander um $+90^\circ$ verdreht. Zwischen ihnen liegen die Diagramme für alle $x > 0$. Nähert man sich vom Negativen her dem Wert $x = 0$ ($x \rightarrow 0-$), so wird der erste Summand in (2) schließlich $-\pi/2$. Das Diagramm ist gegenüber dem für $x \rightarrow \infty$ um -90° gedreht. Die Gesamtheit aller Diagramme liegt demnach in einem Winkelbereich von 180° . Ihre Endpunkte liegen auf der dick ausgezogenen Kurve in Abb. 9 a. Es gibt nur eines unter ihnen mit maximalem $|\xi|$ -Wert. Es liegt hier zwischen $x = -200 \text{ \AA}$ und $x = -300 \text{ \AA}$. Die Intensitätskurve (Abb. 9 b) hat daher nur einen als Hauptmaximum bezeichneten Höchstwert. Ihre Unsymmetrie weist darauf hin, daß die Überquerung der Versetzung etwas außerhalb der Mitte des Hauptreflexes erfolgt ($s = 1/D_0$). Die Intensität für $x \rightarrow \infty$ ist hier wie auch in den folgenden Kurven gestrichelt eingezeichnet. Das Intensitätsprofil gibt den einfachen Beugungskontrast nach Abb. 4 c wieder.

n = 2. Wegen $n = 2$ folgt aus (2), daß die Amplituden-Phasen-Diagramme für $x \rightarrow 0+$ und $x \rightarrow 0-$ um $+180^\circ$ bzw. -180° gegen das Diagramm für $x \rightarrow \infty$ gedreht sind und daher zusammenfallen (Abb. 10 a). Die Gesamtheit aller Diagramme liegt in einem Winkelbereich von 360° . Es gibt zwei maximale $|\xi|$ -Werte, nämlich für $x \approx -600 \text{ \AA}$ und für $x = 0$. Das entsprechende Intensitätsprofil (Abb. 10 b) zeigt daher neben dem Hauptmaximum ($x \approx -600 \text{ \AA}$) noch ein weiteres Maximum bei $x = 0$, also genau dort, wo sich die Versetzung befindet. Diese Kontrastverhältnisse werden auch an der Versetzung VV' in Abb. 11 beobachtet. Die Intensität des Zusatzmaximums ist hier mit der des Hauptreflexes weit weg von der Versetzung vergleichbar, was auch mit der Kurve der Abb. 10 b übereinstimmt. Die Endpunkte der Diagramme für $x = 0$ und $x \rightarrow \infty$ haben nämlich gleiche $|\xi|$ -Werte.

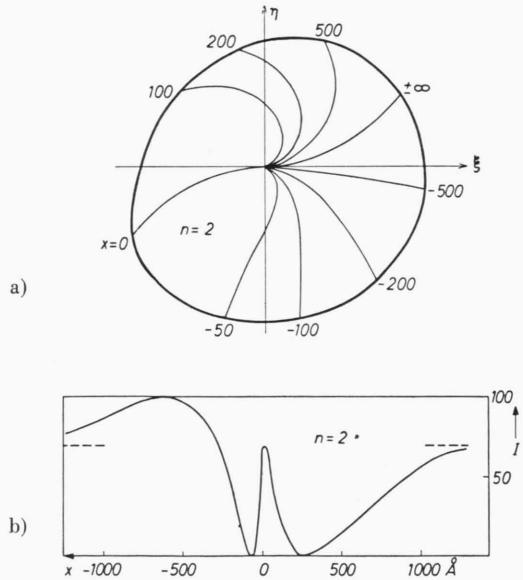


Abb. 10. a) Wie Abb. 7 a), jedoch $n=2$;
b) Intensitätskurve zu a.).

n = 3. Für $n = 3$ wird der erste Summand in (2) $\pm \frac{3}{2} \pi$, je nachdem, ob $x \rightarrow 0+$ oder $x \rightarrow 0-$ geht. Auf Grund der gleichen Überlegungen wie für die vorhergehenden Werte n liegen jetzt die Amplituden-Phasen-Diagramme für positive und negative x in einem Winkelbereich von je 270° (Abb. 12 a). Neben dem Hauptmaximum bei $x = -800 \text{ \AA}$ treten jetzt zwei weitere maximale $|\xi|$ -Werte auf, nämlich bei $x = -50 \text{ \AA}$ und $x = +100 \text{ \AA}$. Das führt zu zwei Zusatzmaxima der entsprechenden Intensitätskurve

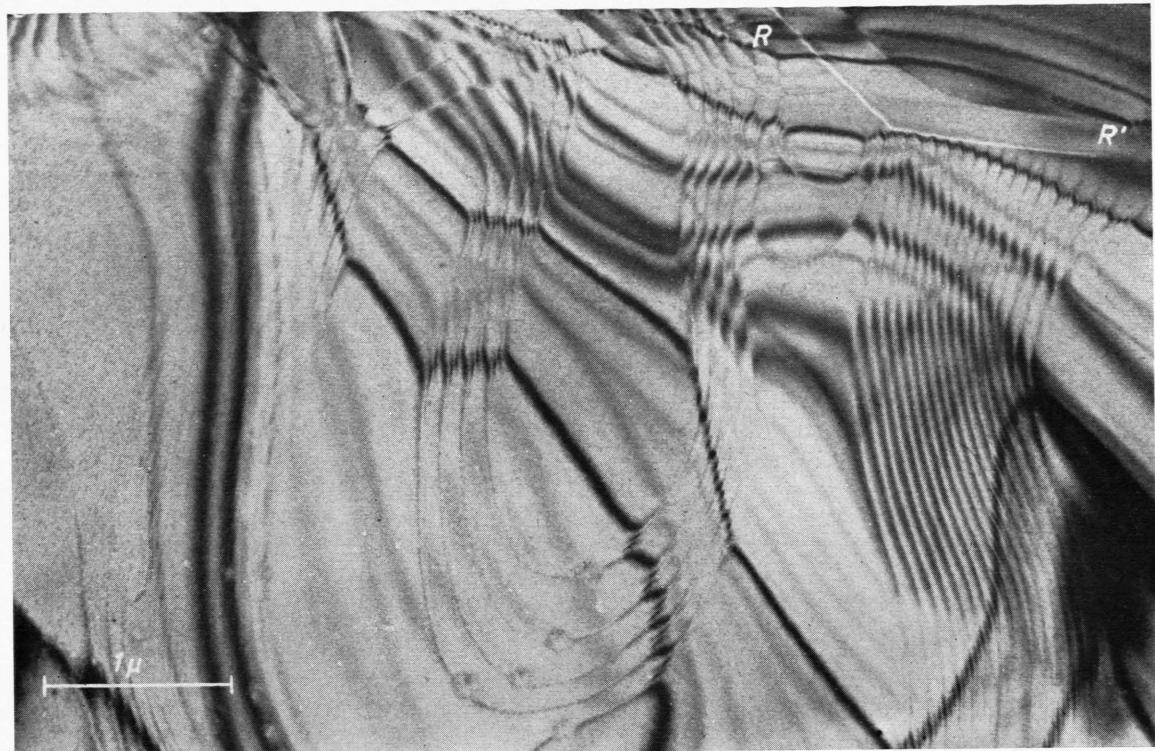


Abb. 1. Riß RR' in Glimmerfolie mit zahlreichen weit in das Material hineingewanderten Versetzungen (Hellfeld).



Abb. 2. Entstehung von Versetzungen längs eines Risses SS' in einer Glimmerfolie (Hellfeld).

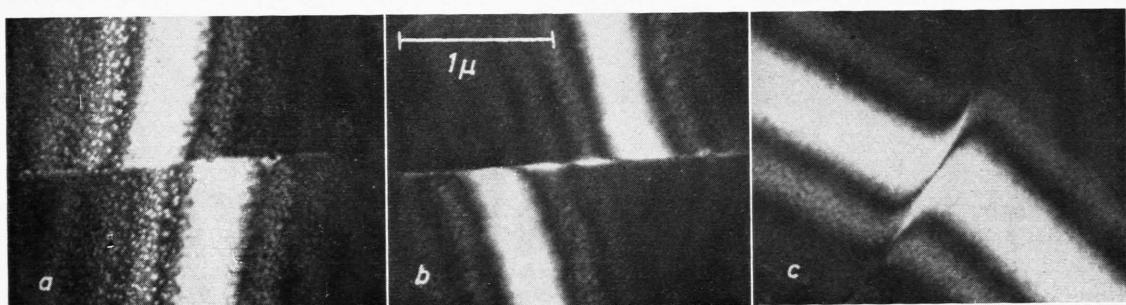


Abb. 4 a, b. Knickkontrast an einer Versetzung ($b = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$) in verschiedenen Reflexen, Dunkelfelder. a) (200)-Reflex, b) (060)-Reflex.

Abb. 4 c. Normaler Beugungskontrast an Versetzung ($b = \frac{1}{2}[110]$), Dunkelfeld, (110)-Reflex.



Abb. 8. Versetzungen ($b = \frac{1}{2}[110]$) mit Kontrast entsprechend Abb. 7 b, Dunkelfeld, ($\bar{1}10$)-Reflex, $n=0$.

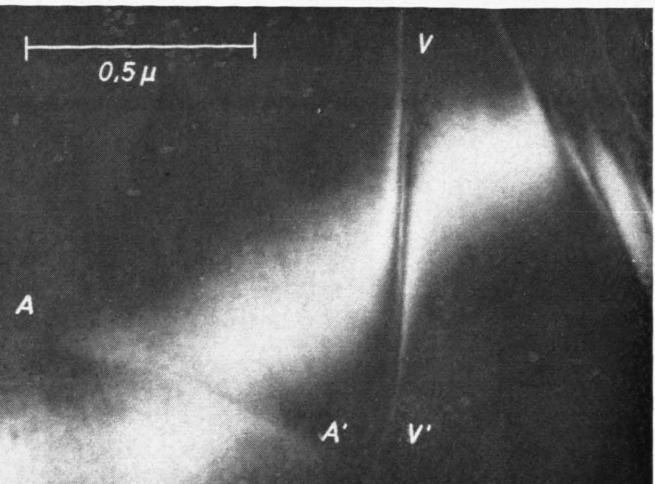


Abb. 11. Versetzung VV' ($b = \frac{1}{2}[110]$) mit Kontrast entsprechend Abb. 10 b), Dunkelfeld, (130)-Reflex, $n=2$. Die links unten verlaufende Versetzung AA' liegt nahe der Oberfläche des Kristalls.

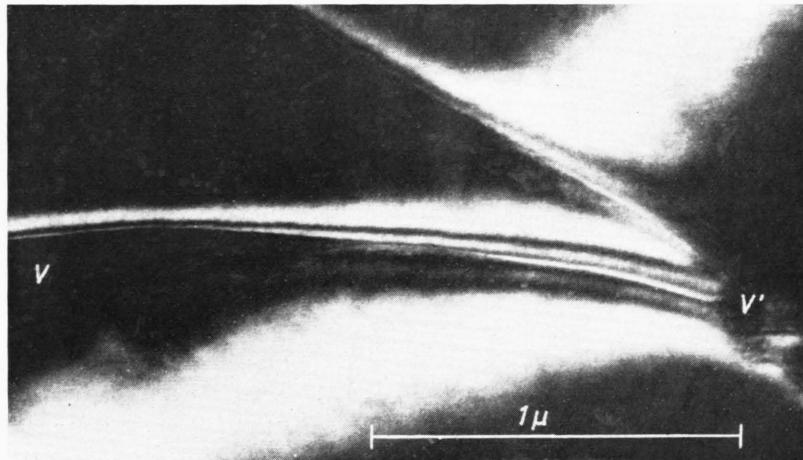


Abb. 14. Versetzung ($b = \frac{1}{2}[\bar{1}10]$) mit Kontrast entsprechend Abb. 13 b), Dunkelfeld, ($1\bar{7}0$)-Reflex, $n=4$.

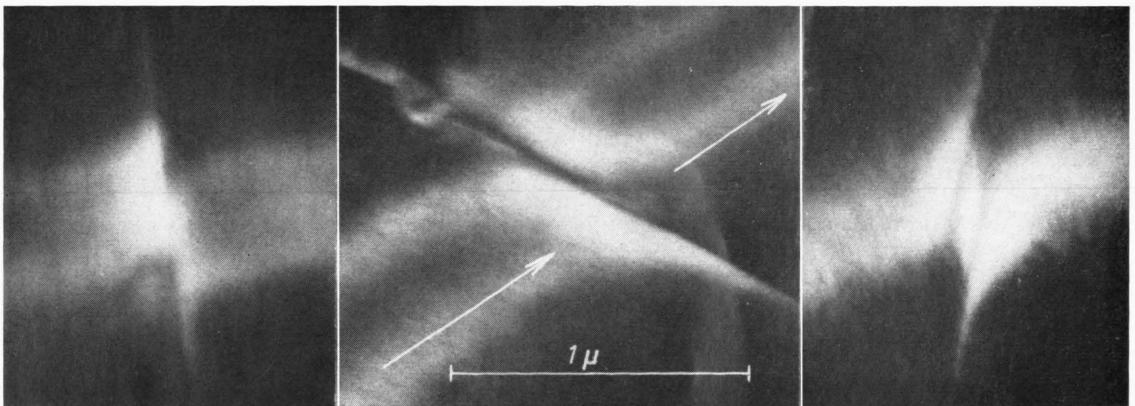


Abb. 17. Kontrast einer Versetzung ($b = \frac{1}{2}[110]$) in einer Glimmerfolie von der Dicke nahe der Extinktions- tiefe des (110)-Reflexes, $n=1$, Dunkelfeld, (110)-Reflex.

Abb. 19. Wie Abb. 17, Dicke nahe der Extinktionstiefe des (130)-Reflexes, $n=2$, Dunkelfeld, (130)-Reflex.

Abb. 20. Wie Abb. 17, Dicke nahe der Extinktionstiefe des (060)-Reflexes, $n=3$, Dunkelfeld, (060)-Reflex.

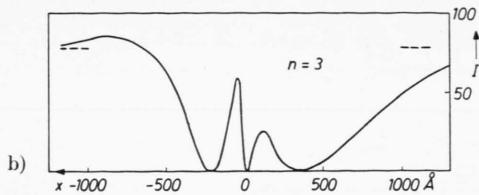
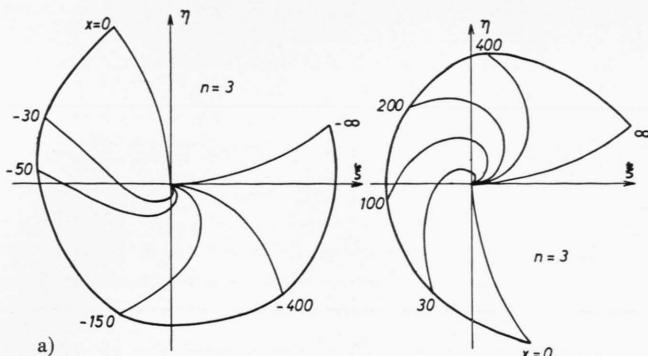


Abb. 12. a) Wie Abb. 7 a), jedoch $n=3$;
b) Intensitätskurve zu a).

(Abb. 12 b). Ihre unterschiedliche Höhe erklärt sich wieder aus dem vorhandenen geringen Abstand von der Reflexmitte, in dem man die Versetzung überquert. Die zugehörigen elektronenmikroskopischen Aufnahmen sind Abb. 1, in der an zahlreichen Versetzungen zwei Intensitätsminima (Helffeld!) zu erkennen sind, und auch Abb. 4 b.

n = 4. Für $n = 4$ liegen die Amplituden-Phasen-Diagramme in zwei Winkelbereichen von je 360° (Abb. 13 a). Die Zahl der Zusatzmaxima nimmt daher wieder um eins zu. Neben dem Hauptmaximum bei $x \approx -1000 \text{ \AA}$ treten bei $x = -150 \text{ \AA}$, $x = 0$ und $x = +200 \text{ \AA}$ maximale $|\xi|$ -Werte auf. Da in Abb. 13 a die Diagramme für $x = 0$ und $x \rightarrow \infty$ zusammenfallen, sind die dort gestreuten Intensitäten der Elektronenwellen gleich. Im Intensitätsprofil der Abb. 13 b ist daher die Ordinate des Maximums bei $x = 0$ gleich der für $x \rightarrow \infty$. Die beiden anderen Maxima sind niedriger. Das Kontrastprofil wird sehr gut an der Einzelversetzung VV' der Abb. 14 realisiert. Im Gebiet nahe V' treten deutlich das scharfe Maximum bei $x = 0$ sowie die beiden breiteren und schwächeren Maxima auf. Die Versetzung VV' ist fast eine reine Schraubenversetzung. Der Abstand der beiden schwachen Nebenmaxima be-

trägt ungefähr 600 \AA , während der entsprechende Abstand in der Kurve Abb. 13 b jedoch nur 350 \AA beträgt. Diese Diskrepanz wird damit zusammenhängen, daß die für reine Schraubenversetzungen geltende Beziehung (2) ($b_e = 0$) nur für elastisch isotrope Materialien gilt, während Glimmer ein elastisch stark anisotropes Material ist.

Zusammenfassend kann also gesagt werden: Die Amplituden-Phasen-Diagramme erklären die Mehrfachkontraste an Versetzungen entlang der Hauptreflexe. Die Zahl der Zusatzmaxima richtet sich danach, welchen Winkelbereich die Diagramme für $-\infty < x < +\infty$ einnehmen. Dieser Bereich wird beim Übergang von n auf $n+1$ um 180° größer. Die Zahl der Schnittpunkte der die Endpunkte der Diagramme verbindenden Kurven mit der Abszisse vergrößert sich dadurch immer um eins. Damit steigt die Zahl der extremalen Abszissenwerte ebenfalls um eins an. Das führt zu der Regel, daß die Zahl der Zusatzmaxima $M = n - 1$ ist ($n \geq 1$). Das Hauptmaximum im Gebiet $x < 0$ ist allen kontrastgebenden Reflexen gemeinsam. Nimmt man es mit in die Regel auf, so lautet diese: Die Zahl M_0 aller Maxima ist gleich der Zahl n , $M_0 = n$. Aus den Amplituden-Phasen-Diagrammen folgt ferner, daß die Intensität

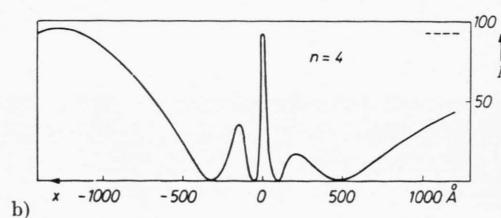
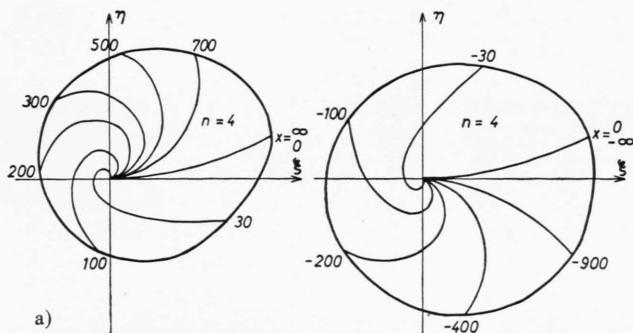


Abb. 13. a) Wie Abb. 7 a), jedoch $n=4$;
b) Intensitätskurve zu a).

im Zusatzmaximum bei $x=0$, das immer für geradzahlige n auftritt, dieselbe ist, wie für $x \rightarrow \infty$, also im ungestörten Kristallbereich.

3. Abhängigkeit von s

Mit wachsendem Abstand von der Reflexmitte ändert sich der Kontrast an den Versetzungen. Dabei nimmt die Zahl der Zusatzmaxima ab, so daß schließlich nur noch das Hauptmaximum auf der einen Seite der Versetzung zu erkennen ist (z. B. Abb. 11). Größerer Abstand von der Reflexmitte bedeutet größeres s , so daß der Summand $2\pi s z$ in (2) ($b_e = 0$) zunimmt. Als Beispiel sind in Abb. 15 die mit größeren s -Werten berechneten Intensi-

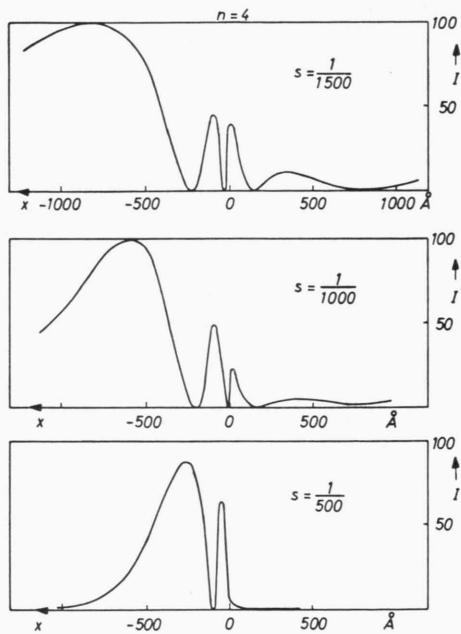


Abb. 15. Abhängigkeit des Intensitätsprofils von der Entfernung vom Hauptreflex im Fall $n=4$.

tätskurven für $n=4$ aufgetragen. Die verschiedenen Abstände vom Hauptreflex sind — im s -Maßstab ausgedrückt — $s=1/1500$, $s=1/1000$, $s=1/500$. Der Kontrast verschwindet für $x>0$ sehr schnell. Im negativen Bereich kommt das Hauptmaximum stärker zum Ausdruck. Das scharfe Nebenmaximum bei $x=0$ in der Kurve der Abb. 13 b wird immer kleiner, während an seine Stelle das dem Hauptmaximum unmittelbar benachbarte Nebenmaximum tritt. Diesen Kontrast zeigt auch deutlich die Versetzung VV' der Abb. 14 beim Fortschreiten von V' nach V.

4. Abhängigkeit von der Kristalldicke

Alle bisherigen Intensitätsprofile beziehen sich auf eine Kristalldicke von 600 \AA . Wie sich die Kontraste mit zunehmender Kristalldicke für $s=1/D_0$ ändern, erfährt man wieder aus den Amplituden-Phasen-Diagrammen. Dazu müssen die einzelnen Diagramme über ihre bisherige Länge von 300 \AA hinaus weiter konstruiert werden. Die Fälle $n=1$ und $n=2$ sollen näher diskutiert werden. Die Versetzung soll wieder in der Mitte der Folie liegen.

Wird die Kristalldicke D immer größer, so vervollständigen sich die Diagramme für $x \rightarrow \infty$ und $x=0$, die wie im ungestörten Kristall Kreisbögen darstellen, immer mehr zu Halbkreisen. Ist die Dicke gleich der Extinktionstiefe D_0 , dann sind die Halbkreise vollständig. Ihre Endpunkte liegen auf den Achsen des (ξ, η) -Koordinatensystems, und zwar liegen sie im Fall $n=1$ (Abb. 16 a) für $x \rightarrow 0+$ und $x \rightarrow 0-$ auf der ξ -Achse und für $x \rightarrow \infty$ auf der η -Achse. Das zugehörige Intensitätsprofil (Abb. 16 b) hat im Unterschied zu dem der Abb. 9 b für dünnere Kristalle bei $x \approx 0$ kein Minimum mehr, son-

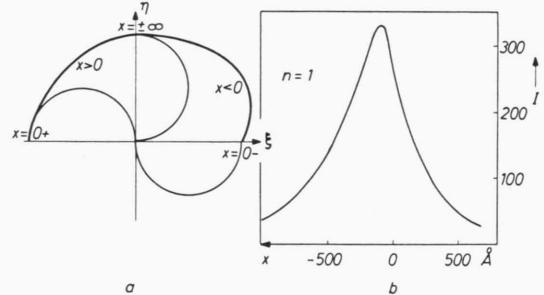


Abb. 16. a) Amplituden-Phasen-Diagramme für den Fall $n=1$, Kristalldicke D gleich der Extinktionstiefe D_0 .
b) Intensitätskurve zu a).

dern besteht insgesamt nur aus einem Maximum. Die maximale Intensität tritt ungefähr bei $x = -100 \text{ \AA}$ auf, sie liegt also näher an der Versetzung als in Abb. 9 b. Für $x \rightarrow \pm \infty$ verschwindet die Intensität, was auf Grund der Definition der Extinktionstiefe zu erwarten war. Der theoretisch berechnete Kontrast wird experimentell in Abb. 17 bestätigt. Die Dicke des hier vorliegenden Glimmerpräparates kommt der Extinktionstiefe des Reflexes, dessen Dunkelfeldbild Abb. 17 darstellt, schon sehr nahe, erkennbar an der relativ schwachen Intensität des Reflexes in größerer Entfernung von der Versetzung. Im Unterschied zum Kontrast in Abb. 4 c fehlt hier das charakteristische

Intensitätsminimum am Ort der Versetzung. Die Verschiebung der beiden Äste des Reflexes zu beiden Seiten der Versetzung zeigt noch zusätzlichen Knickkontrast an.

Beim Übergang $D \rightarrow D_0$ für $n = 2$ (Abb. 10 a) liegen die Endpunkte der halbkreisförmigen Diagramme sowohl für $x \rightarrow \infty$ als auch für $x = 0$ auf der η -Achse. Das Intensitätsprofil hat demnach im Gegensatz zu der Kurve der Abb. 10 b bei $x = 0$ ein Minimum. Um den Übergang $D \rightarrow D_0$ zu verfolgen, wurden die Amplituden-Phasen-Diagramme bis zur Extinktionstiefe $D_0 = 2000 \text{ \AA}$ erweitert und daraus die Intensitätsprofile für verschiedene Dicken D ermittelt. Das Ergebnis zeigt Abb. 18 für $D = 1200 \text{ \AA}$, 1600 \AA und $D = D_0 = 2000 \text{ \AA}$. Mit zunehmender Dicke D wandert das Maximum, das in Abb. 10 b bei $x = 0$ lag, langsam nach rechts in das Gebiet $x > 0$ und verflacht sich dabei merklich. Für $D = D_0$ erscheinen daher das jetzt stärker hervortretende Hauptmaximum im Gebiet $x < 0$ und ein flaches Maximum im Gebiet $x > 0$. Die gleichen Verhältnisse findet man auch auf der entsprechenden elektronenmikroskopischen Aufnahme der Abb. 19. In Übereinstimmung mit den theoretischen Ergebnissen fehlt hier im Unterschied zu Abb. 11 das für geringere Kristalldicken am Ort der Versetzung ($x = 0$) erscheinende Nebenmaximum. Die errechneten Intensitätsprofile der Abb. 18 sind die entlang einer Geraden, die auf Grund der obigen Überlegungen etwas außerhalb der Reflexmitte verläuft. Die ungefähre Lage dieser Geraden ist in Abb. 19 durch Pfeile markiert. Die Intensitätsverteilung entlang

kreise für $x \rightarrow \pm \infty$ wieder auf der Ordinate η liegen, während die für $x = 0+$ und $x = 0-$ auf der ξ -Achse liegen. Das Intensitätsprofil wird also für $D = D_0$ rechts und links der Versetzung wieder ein stärkeres und ein schwächeres Maximum haben und zusätzlich noch ein Maximum bei $x = 0$. Diesen Kontrast zeigt Abb. 20. Es tritt nur ein Nebenmaximum, und zwar am Ort der Versetzung auf, obwohl $n = 3$ ist. Ähnliche Überlegungen für $n = 4$ führen zu dem allgemeinen Ergebnis, daß bei Annäherung der Kristalldicke D an die Extinktionstiefe D_0 eines Reflexes die Zahl der Nebenmaxima in diesem Reflex um eins geringer wird als für dünne Kristalle mit $D \ll D_0$. Für $D = D_0$ wird die Zahl der Nebenmaxima also durch die Regel $M = n - 2$ bestimmt ($n \geq 2$).

Wie oben vermerkt, wird die Zahl M_0 aller in einem Intensitätsprofil auftretenden Maxima durch die Regel $M_0 = n$ beschrieben. Diese Regel bleibt auch beim Übergang $D \rightarrow D_0$ erhalten. Denn wie die Diskussion des Falles $n = 2$ z. B. zeigte, verschwindet dort zwar das scharfe Nebenmaximum bei $x = 0$, es geht aber in ein breiteres Maximum im Bereich $x > 0$ über, so daß in den Kurven der Abb. 18 die Gesamtzahl $M_0 = 2$ erhalten bleibt. Entsprechendes gilt für größere n .

Es sei hier darauf hingewiesen, daß ein quantitativer Vergleich der theoretischen Kurven untereinander und mit den elektronenmikroskopischen Bildern wegen der in der kinematischen Theorie vernachlässigten Absorption nur bedingt zulässig ist.

5. Abhängigkeit von der Lage der Versetzung im Kristall

Bei allen bisherigen Überlegungen wurde die Lage der Versetzungen genau in der Mitte der Folie angenommen. Zur Bestimmung des Intensitätsprofils von Versetzungen außerhalb der Mitte müssen die vollen Amplituden-Phasen-Diagramme, also auch die

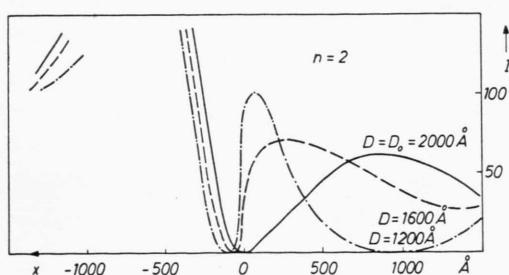


Abb. 18. Abhängigkeit des Intensitätsprofils von der Dicke der Kristallfolie im Fall $n = 2$.

dieser Richtung entspricht etwa der Kurve für $D = 1600 \text{ \AA}$ in Abb. 18, so daß die Kristalldicke in Abb. 19 ungefähr 20% unter der Extinktionstiefe des (130)-Reflexes liegen wird.

Ist im Fall $n = 3$ die Kristalldicke $D = D_0$, so folgt aus Abb. 12 a, daß die Endpunkte der Halb-

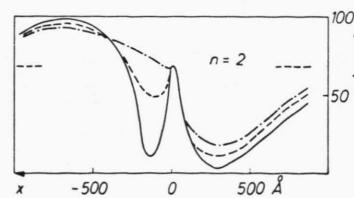


Abb. 21. Abhängigkeit des Intensitätsprofils von der Lage der Versetzung in einer Folie der Dicke 600 \AA , $n = 2$. Die Versetzung liegt in einer Tiefe von 200 \AA (—), 100 \AA (---) und 50 \AA (-·-·-·-).

Äste für $z < 0$ konstruiert werden, da beide Äste nicht mehr spiegelbildlich zur Ordinate η liegen. Die für drei verschiedene Lagen in einer 600 Å dicken Folie graphisch ermittelten Intensitäten sind in den Kurven der Abb. 21 für den Fall $n = 2$ aufgetragen. Das Intensitätsprofil ändert sich nicht wesentlich gegenüber dem der Abb. 10 b, wenn die Versetzung um 100 Å außerhalb der Mitte der Folie liegt. Je mehr sie sich aber der Oberfläche nähert, desto weniger ausgeprägt wird das Nebenmaximum, bis es schließlich verschwindet. Bei den Rechnungen wurde der Einfluß der Kristallbegrenzung allerdings nicht berücksichtigt. Die Versetzung AA' im linken unteren Teil der Abb. 11 scheint wegen ihres geringen Kontrastes sehr nahe der Oberfläche zu liegen.

6. Abhängigkeit vom Charakter der Versetzung

Für alle bisherigen Rechnungen wurde — mit Ausnahme von $n = 0$ — immer Schraubencharakter der Versetzungen angenommen. Für Stufenversetzungen muß der Phasenwinkel nach (2) mit $b = b_e$ berechnet werden. Für den Fall $n = 4$ wurde das Intensitätsprofil für eine reine Stufenversetzung nach der gleichen numerischen Methode ermittelt. Es er-

gibt sich im Prinzip dasselbe Profil wie in Abb. 13 b für die reine Schraubenversetzung, nur mit dem Unterschied, daß es in x -Richtung ungefähr um den Faktor 2 gedehnt ist. Das ist in Übereinstimmung mit den Untersuchungen in ⁹. Der Charakter einer Versetzung beeinflußt demnach nur die Weite des Kontrastes, nicht aber seinen prinzipiellen Verlauf.

In dem Zahlenfaktor $\frac{3}{8}$ in (2) ist die Poissonsche Zahl enthalten, die für Metalle ungefähr $\frac{1}{3}$ beträgt. Für Glimmer wird dieser Faktor ein anderer sein, der jedoch zu keiner wesentlichen Änderung des Kontrastes führt.

Die Arbeit wurde im Physikalischen Laboratorium Mosbach angefertigt. Für die Förderung und das Interesse an der Arbeit bin ich dem Leiter des Instituts, Herrn Professor Dr.-Ing. E. BRÜCHE, zu großem Dank verpflichtet. — Dem Direktor des I. Physikalischen Instituts der Universität Gießen, Herrn Professor Dr. W. HANLE, sowie Herrn Privatdozenten Dr. A. SCHARMANN gebührt mein besonderer Dank für das entgegengebrachte Interesse und ihre wohlwollende Unterstützung. Herrn Professor Dr. E. SAUR bin ich für sein Entgegenkommen sehr dankbar. — Der Arbeitsgemeinschaft für Elektronenoptik e. V. und den Wirtschaftsministerien des Bundes und des Landes Baden-Württemberg sage ich Dank für ihre Unterstützung.