

# Absolute Präzisionsbestimmungen von Gitterkonstanten an Silicium-Einkristallen mit Elektroneninterferenzen \*

H. KIENDL

Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg

(Z. Naturforschg. 22 a, 79—91 [1967]; eingegangen am 16. September 1966)

Absolute precise determinations of lattice constants by electron diffraction, so far carried out for polycrystals with an accuracy of  $\Delta a/a = \pm 3 \cdot 10^{-5}$  are now applied to thin single crystals. This precision is comparable with that of absolute X-ray methods. The factors determining the accuracy of measurement are discussed. — The lattice constants of thin silicon specimens, prepared by a new technique from a solid crystal, show none of the anomalies known from specimens prepared by vacuum evaporation and are in agreement with the value obtained by X-ray diffraction. These specimens therefore can be used as a standard for relative measurements of lattice constants. — The present measurement supports a new value of the conversion constant  $\lambda$  between X-units and Ångstrom units, which has been published (but not yet recommended) in 1965.

Gitterkonstantenmessungen mit Elektroneninterferenzen sind ein wichtiges Hilfsmittel für die Strukturuntersuchung kristallinere Substanzen, die in sehr geringen Schichtdicken vorliegen. Am einfachsten werden solche Messungen als Relativmessungen gegenüber einem Vergleichspräparat ausgeführt. Absolutbestimmungen der Gitterkonstante sind demgegenüber mit erheblichem Aufwand verbunden.

Voraussetzung für Relativmessungen sind jedoch Vergleichspräparate ohne Gitterkonstantenanomalien. Eine Zeitlang schienen Thallium-Chlorid-Aufdampfschichten als Vergleichspräparate besonders geeignet zu sein<sup>1</sup>. Nachdem jedoch WITT bei absoluten Gitterkonstantenmessungen an polykristallinen Aufdampfschichten eine relative Genauigkeit von  $\Delta a/a = \pm 3 \cdot 10^{-5}$  erreicht hatte, stellten sich auch bei Thallium-Chlorid Gitterkonstantenanomalien heraus<sup>2</sup>. Es ergaben sich in Abhängigkeit von den MILLERSchen Indizes *hkl* verschiedene Werte für die Gitterkonstante. Zum Teil stimmten diese Werte mit dem Wert überein, der mit RÖNTGEN-Interferenzen am kompakten Material gemessen wird, zum Teil lagen diese Werte bis zu  $30 \cdot 10^{-5}$  ihres Wertes darunter. Nach diesem Befund existieren bisher keine Vergleichspräparate, die in dem Genauigkeitsbereich, der bei Absolutmessungen erreichbar ist, als Eichnormal für Relativmessungen empfohlen werden können. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, diese Lücke zu schließen.

Bisher sind Präzisionsbestimmungen der Gitterkonstante mit Elektroneninterferenzen an polykri-

stallinen Aufdampfschichten ausgeführt worden. Einerseits ist die Aufdampftechnik gut entwickelt, andererseits bieten Polykristalle meßtechnische Vorteile. Nunmehr wurde dagegen von der Aufdampftechnik abgegangen und statt dessen versucht, die hohe Perfektion und Reinheit massiver Halbleiter-Einkristalle auszunutzen. Es wurde ein Verfahren entwickelt, mit dem diese Einkristalle bis zu dünnsten durchstrahlbaren Schichten abgetragen werden können, ohne daß die Gitterstruktur nachweislich gegenüber dem Ausgangskristall gestört wird. Eine ausführliche Beschreibung dieses Präparationsverfahrens ist an anderer Stelle erfolgt<sup>3</sup>.

In der vorliegenden Arbeit werden solche aus dem massiven Material gewonnenen dünnen Silicium-Einkristalle hinsichtlich ihrer Gitterkonstante in einer Absolutmessung untersucht. Zunächst werden die Unterschiede diskutiert, die sich bei einer Messung an Einkristallen gegenüber Polykristallen im wesentlichen dadurch ergeben, daß Einkristalle eine genaue Winkeleinstellung zum Elektronenstrahl erfordern und im Interferenzbild zu Punktdiagrammen anstatt zu Ringdiagrammen führen. Es wird gezeigt, daß bei absoluten Gitterkonstantenmessungen mit Elektroneninterferenzen auch für Einkristalle eine relative Genauigkeit von  $\Delta a/a = \pm 3 \cdot 10^{-5}$  erreichbar ist. Anschließend wird das Ergebnis der Absolutmessung an Silicium diskutiert. Die Präparate erweisen sich ausnahmslos als frei von Gitterkonstantenanomalien, so daß nunmehr Eichnormale

\* Gekürzte Dissertation Universität Hamburg (1966). Eine vorläufige Veröffentlichung ist bereits in den Phys. Letters 22, 33 [1966] erschienen.

<sup>1</sup> K. MEYERHOFF, Z. Naturforschg. 12 a, 23 [1957].

<sup>2</sup> W. WITT, Z. Naturforschg. 19 a, 1363 [1964]; dort auch weitere Literatur.

<sup>3</sup> H. KIENDL, Z. Naturforschg. 21 a, 2093 [1966].



für Relativmessungen auch in dem Genauigkeitsbereich zur Verfügung stehen, der bei Absolutmessungen erreicht wird. Schließlich wird das Ergebnis der vorliegenden Messung mit dem Wert der entsprechenden RÖNTGEN-Gitterkonstante verglichen. Daraus ergibt sich ein interessanter Beitrag für die Diskussion über den genauen Wert des Konversionsfaktors  $A$ , der zwischen X-Einheiten und Ångström-Einheiten vermittelt.

## Das Meßverfahren

### 1. Physikalische Grundlagen

Durchtritt ein Elektronenstrahl einen dünnen Einkristall, so wird er in einen durchgehenden Primärstrahl und in einen oder mehrere Streustrahlen zerlegt, die wohldefinierte Streuwinkel mit dem Primärstrahl einschließen. Im Bilde der EWALDSchen Konstruktion entstehen Primärstrahl und Streustrahlen durch zentrale Projektion aller Punkte des reziproken Gitters, die von einer EWALD-Kugel getroffen werden. Der formelmäßige Zusammenhang wird durch die BRAGGSche Gleichung beschrieben. Für kubische Kristalle gilt

$$2a \sin(\frac{1}{2}\vartheta_{hkl}) = \lambda / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (1)$$

Darin ist  $a$  die Gitterkonstante,  $hkl$  sind die MILLERSchen Indizes der reflektierenden Netzebenenschar mit dem zugehörigen Streuwinkel  $\vartheta_{hkl}$  und  $\lambda$  ist die Elektronenwellenlänge (im Inneren des Kristalls). Die Elektronenwellenlänge  $\lambda$  wurde mit Hilfe der DEBROGLIESchen Beziehung aus der Beschleunigungsspannung der Elektronen berechnet. Zur Bestimmung der Streuwinkel  $\vartheta_{hkl}$  wurden Primärstrahl und Streustrahlen als LAUE-Reflexe auf einer ebenen Photoplatte registriert (Abb. 1, oberes Teilbild). Im Prinzip können die Streuwinkel dann (mit Hilfe einer Dreieckskonstruktion) aus dem Abstand  $L_0$  der Photoplatte Pl vom Präparat, aus dem jeweiligen Abstand  $R_{hkl}$  eines Reflexes  $hkl$  vom Primärreflex 000 und aus dem Inzidenzwinkel  $\varphi$  ermittelt werden, unter dem der Primärstrahl auf die Photoplatte trifft. Die Abstände  $L_0$  und  $R_{hkl}$  können sehr genau gemessen werden, der Inzidenzwinkel  $\varphi$  jedoch im Vergleich dazu nicht. Aus diesem Grunde wurde auf die genaue Messung dieses Winkels vollständig verzichtet und seine Größe umgekehrt aus der Lage der LAUE-Reflexe bestimmt. In Abschnitt 6 wird gezeigt, daß das im Mehrstrahlfall tatsächlich möglich ist.

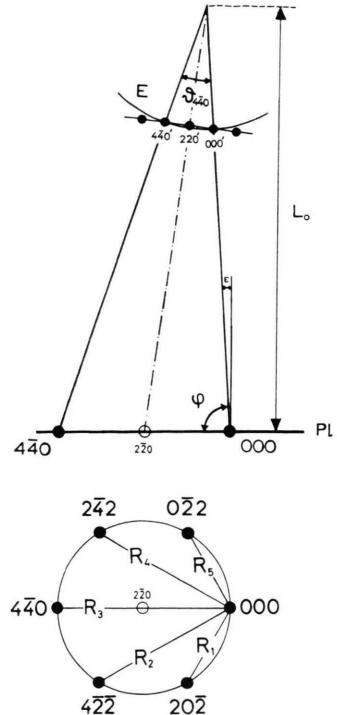


Abb. 1. Zur Entstehung des Interferenzdiagramms. Oberes Teilbild (Querschnitt): Die Punkte 000' und 440' des reziproken Gitters werden von der EWALD-Kugel E getroffen und auf der Photoplatte Pl als Primärfeck 000 und als LAUE-Reflex 440 registriert. Der Inzidenzwinkel  $\varphi$  zwischen Primärstrahl und Photoplatte weicht um eine geringe Winkelunsicherheit  $\varepsilon$  von  $90^\circ$  ab. Der Reflex 220 wird wegen der endlichen Ausdehnung der Intensitätsbereiche auch noch schwach angeregt.  $L_0$  bezeichnet den Abstand des Präparates von der Photoplatte. — Unteres Teilbild (Aufriss des vollen Interferenzdiagramms): Der dargestellte Sechsstrahlfall entspricht einer Einstrahlrichtung, die um  $1.6^\circ$  gegen die 111-Richtung des Siliciumpräparates geneigt ist. Alle sechs voll angeregten Reflexe liegen auf einem Kegelschnitt. Weiterhin sind die für die Gitterkonstantenmessung herangezogenen Reflexabstände  $R_i$  eingetragen. (In der Abb. muß es statt 220' richtig 220 heißen.)

Die EWALD-Kugel trifft dann nämlich im reziproken Gitter nur Punkte, die auf einem Zonenkreis liegen, dessen zentrale Projektion auf die Photoplatte also einen Kegelschnitt ergibt, der die LAUE-Reflexe verbindet. Da die Gestalt des Kegelschnittes vom Inzidenzwinkel abhängt, kann dieser Winkel umgekehrt aus der Lage der LAUE-Reflexe bestimmt werden. Das ist um so genauer möglich, je mehr Reflexe zur Verfügung stehen. Daher wurden für die vorliegenden Messungen Sechsstrahlfälle angeregt (Abb. 1, unteres Teilbild).

Insgesamt ist die Gitterkonstante  $a$  dann durch die folgenden Meßgrößen bestimmt: durch die Länge  $L_0$ , durch die Reflexabstände  $R_1, R_2, R_3, R_4, R_5$  und durch die Elektronenwellenlänge  $\lambda$ .

Zur Registrierung der Sechsstrahlfälle wurde die Photoplatte möglichst senkrecht zum Primärstrahl aufgestellt. Das war bis auf eine Winkelunsicherheit  $\varepsilon = 3 \cdot 10^{-3}$  rad möglich (Abb. 1). In diesen Grenzen war damit eine unabhängige Kontrolle der Inzidenzwinkel-Berechnung gegeben. Es sei bemerkt, daß die Unsicherheit  $\varepsilon$  zu einem beträchtlichen Fehler  $\Delta\vartheta_{hkl}/\vartheta_{hkl}$  führen würde, wenn der Streuwinkel  $\vartheta_{hkl}$  jeweils unmittelbar aus den Größen  $L_0$ ,  $R_{hkl}$  und  $\varphi$  bestimmt wird. Dann ergibt sich nämlich  $\Delta\vartheta_{hkl}/\vartheta_{hkl} = \pm \varepsilon \cdot \vartheta_{hkl}$ , d. h. für  $\vartheta_{hkl} = 6 \cdot 10^{-2}$  rad bereits ein Fehler von  $\Delta\vartheta_{hkl}/\vartheta_{hkl} = \pm 18 \cdot 10^{-5}$ , der voll in die Gitterkonstante eingehen würde. Demgegenüber ist diese Inzidenzwinkel-Unsicherheit bei der Streuwinkelbestimmung aus DEBYE-SCHERRER-Ringdurchmessern (bei Polykristallen) unkritisch. Dort beträgt der entsprechende Fehler höchstens  $\Delta\vartheta_{hkl}/\vartheta_{hkl} = \pm (1/2) \varepsilon^2 = \pm 5 \cdot 10^{-6}$ , da sich bei einer Abweichung des Primärstrahls von der senkrechten Inzidenz auf der Photoplatte für die Ringdurchmesser in erster Näherung zwei gegenläufige Effekte kompensieren: Wird ein Ringradius vergrößert, so wird der gegenüberliegende verkleinert.

Der für die vorliegenden Messungen gewählte Sechsstrahlfall (s. Abb. 1) bietet einen weiteren Vorteil. Auf stark überbelichteten Interferenzaufnahmen erscheint auch schwach der Reflex  $2\bar{2}0$  (wegen der endlichen Ausdehnung der Intensitätsbereiche im reziproken Gitter), umgeben von scharfen KIKUCHI-Linien. Weicht der Reflex aus dem Symmetriezentrum der Linien ab, so kann daraus sehr genau festgestellt werden, wie weit der Sechsstrahlfall ideal angeregt ist. (Die in Abb. 1 sichtbare Neigung der gezeichneten Ebene im reziproken Gitter gegenüber der Photoplatte beträgt nur  $1,6^\circ$  und hat noch keinen störenden Einfluß auf die Symmetrieverhältnisse.) Die Winkelabweichung  $\psi$  von der idealen BRAGG-Bedingung betrug in allen Fällen höchstens  $3 \cdot 10^{-4}$  rad. Daraus resultiert eine Verzerrung der Reflexabstände von höchstens  $\Delta R/R = 5 \cdot 10^{-8}$ .

## 2. Die Interferenzapparatur

Die Experimente wurden in der von EHLERS<sup>4</sup> und WITT<sup>5</sup> beschriebenen Interferenzapparatur ausgeführt. Die elektronisch stabilisierte Hochspannungsanlage zur Erzeugung des Spannungsabfalls von etwa -50 kV zwischen Kathode und Anode konnte nahezu unverändert übernommen werden<sup>5</sup>, ebenso wie das Verfahren zur Absolutbestimmung der Spannung.

Der Rezipient der Interferenzapparatur mußte daher für die Untersuchungen an Einkristallen neu gestaltet werden: Voraussetzung für die beschriebene Inzidenzwinkel-Berechnung ist ein Laufraum zwischen Präparat und Photoplatte, der nahezu vollständig gegen magnetische Störfelder abgeschirmt ist. Weiterhin muß das Präparat zur Anregung der Sechsstrahlfälle von außen in zwei Freiheitsgraden im Elektronenstrahl geschwenkt werden können, und zwar genau um die durchstrahlte Präparatstelle. Hierzu wurde ein besonderer Goniometerkopf entwickelt, der an anderer Stelle beschrieben ist<sup>6</sup>. Ferner muß der Abstand zwischen Präparat und Photoplatte fixiert und sehr genau gemessen werden können, und schließlich sollte die Photoplatte möglichst senkrecht zum Primärstrahl stehen.

Zur Festlegung des Abstandes zwischen Präparat und Photoplatte sind Goniometerkopf und Photoplatte durch ein starres Distanzstück in einem Abstand von etwa 332 mm fest miteinander verbunden (Abb. 2). Zwei Flansche A und B aus Messing sind

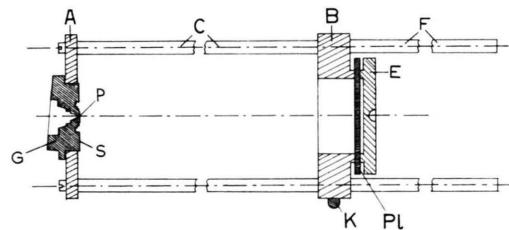


Abb. 2. Distanzstück. Zwei Flansche A und B aus Messing, die durch Messingstangen C fest verschraubt sind, verbinden den Goniometerkopf G starr mit der Photoplatte Pl in einem Abstand von etwa 332 mm. P=Präparat, S=Bezugsebene für die Abstandsmessung, K=Kugelfuß, E=Andruckplatte, F=Führungsstangen.

durch vier Messingstangen C zusammengeschraubt. Die Photoplatte Pl wird durch einen nichtgezeichneten Federbolzen mit einer Andruckplatte E gegen eine geschliffene Kreisringfläche gepreßt. Dabei liegt das oft fehlerhafte Randgebiet der photographischen Schicht frei. Die geschliffene Bezugsfläche S des schematisch angedeuteten Goniometerkopfes G steht bis auf wenige  $\mu\text{m}$  zur Photoplatte parallel. Der genaue Abstand zwischen Bezugsfläche und Photoplatte kann mit einem Innenmikrometer außerhalb der Interferenzapparatur gemessen werden. Der Abstand zwischen Bezugsfläche S und Präparat P wird unter einem Höhenmikroskop bestimmt.

<sup>4</sup> H. EHLERS, Z. Naturforsch. **11a**, 359 [1956].

<sup>5</sup> W. WITT, Z. Angew. Phys. **17**, 369 [1964].

<sup>6</sup> H. KIENDL, Z. Angew. Phys. **22**, 244 [1967].

Abb. 3 zeigt einen sehr schematischen Querschnitt des Rezipienten. Für Interferenzexperimente wird das Distanzstück D mit Führungsstangen F weit ins Innere eines doppelwandigen Rohres M aus Mu-Metall geschoben (Wandstärke jeweils 1 mm). Es

tungszeit wurde so gewählt, daß die LAUE-Reflexe als Schwärzungsflecke von etwa  $10 \mu\text{m}$  Durchmesser registriert wurden. (Ohne Präparat ergibt sich für den Primärstrahl ein Schwärzungsfleck von etwa  $3 \mu\text{m}$  Halbwertsbreite. Vgl. auch Abschnitt 4.2.)

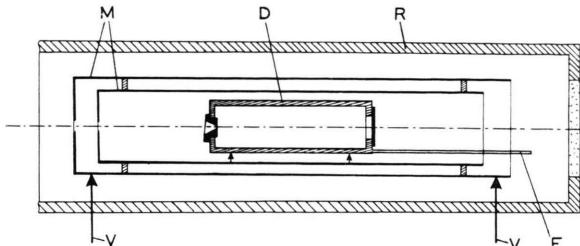


Abb. 3. Schematischer Querschnitt des Rezipienten. R = Wand des Rezipienten, M = doppelwandiges Abschirmrohr aus Mu-Metall, V = Vakuum-Drehführungen mit Mikrometerschrauben zum Schwenken des Abschirmrohrs im Rezipienten, D = Distanzstück, F = Führungsstangen, mit denen das Distanzstück ins Innere des Abschirmrohrs geschoben wird, bis es in reproduzierbarer Stellung einrastet.

rastet mit Kugelfüßen K (Abb. 2) in entsprechenden Nuten in reproduzierbarer Stellung ein. Der eigentliche Laufraum zwischen Präparat und Photoplatte liegt überall um fast den doppelten Rohrdurchmesser von den Rohrenden entfernt. Magnetische Randstörungen greifen dann nicht mehr durch. Die eiserne Wand R des Rezipienten (Wandstärke 10 mm) bildet die dritte magnetisch getrennte Abschirmung.

Das Abschirmrohr M (Abb. 3) ruht im Inneren des Rezipienten auf vier Mikrometerschrauben, die mit Vakuum-Drehführungen V verbunden sind. Das Abschirmrohr kann daher als Ganzes zusammen mit dem eingesetzten Distanzstück D relativ zum Elektronenstrahl geschwenkt werden. Zur Einstellung der senkrechten Inzidenz wird zunächst außerhalb der Interferenzapparatur der Fußpunkt des Lotes von der Präparatblende auf die Photoplattenebene durch lichtoptische Autokollimation ermittelt und mit einem Fadenkreuz markiert. Innerhalb der Interferenzapparatur werden dann Präparatblende und Fadenkreuz in die Achse des Elektronenstrahls justiert. (Die Achse des Elektronenstrahls zeichnet sich dadurch aus, daß sie bei Variation der Linsenströme stabil bleibt.) Auf diese Weise konnte die Photoplatte bis auf eine verbleibende Winkelunsicherheit  $\varepsilon = 3 \cdot 10^{-3}$  rad senkrecht zum Primärstrahl aufgestellt werden.

Für die photographische Registrierung der Interferenzdiagramme wurden Ilford-Diapositivplatten N 60 (Format  $6 \times 6 \text{ cm}^2$ ) verwendet. Die Belich-

### Messung von $L_0$ , $R_i$ und $\lambda$ und Diskussion der Meßfehler

Zunächst wird angegeben, wie der Abstand  $L_0$  des Präparates von der Photoplatte, die Abstände  $R_i$  der LAUE-Reflexe vom Primärfleck und die Elektronenwellenlänge  $\lambda$  gemessen werden und mit welchen Fehlern die Meßverfahren behaftet sind. Anschließend wird das bisher nur skizzierte Verfahren zur Berechnung des Inzidenzwinkels beschrieben, so daß der Inzidenzwinkel vollständig aus der Gitterkonstantenberechnung eliminiert werden kann. Die Gitterkonstante  $a$  erscheint dann als Funktion der Meßgrößen  $L_0$ ,  $R_i$  und  $\lambda$ . Schließlich wird untersucht, in welcher Weise sich Fehler dieser Meßgrößen auf den Wert der Gitterkonstante übertragen.

#### 3. Die Bestimmung der Länge $L_0$

Es wurde bereits erwähnt, daß die Bestimmung des Abstandes  $L_0$  zwischen Präparat und Photoplatte in zwei Schritten geschieht. Mit einer Innenmikrometer-Messung wird der Abstand zwischen der Photoplatte und der Bezugsfläche des Goniometerkopfes bestimmt und mit einer Höhenmikroskop-Messung der Abstand dieser Bezugsfläche von der durchstrahlten Präparatstelle.

**Die Innenmikrometer-Messung.** Die Innenmikrometer-Messung wurde jeweils unmittelbar im Anschluß an eine Interferenzaufnahme an der bereits exponierten Originalplatte (bei dunklem Rotlicht) ausgeführt. Individuelle Unterschiede der Platten und die geringe Schrumpfung der photographischen Schicht im Vakuum (etwa  $0,5 \mu\text{m}$ ) wurden daher jeweils erfaßt. Für die Messung wurde ein Innenmikrometer mit Kugelendkappen (Fa. M a u s e r) verwendet, dessen systematischer Fehler laut Eichschein der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt  $\pm 3 \mu\text{m}$  beträgt. Als Einstellhilfe wurde das Berührungsgeräusch der Kugelendkappen an den Meßflächen elektrisch verstärkt. Auf diese Weise konnte eine Einstellunsicherheit von  $\pm 1 \mu\text{m}$  eingehalten werden.

**Die Höhenmikroskop-Messung.** Es wurde ein Auflichtmikroskop (Ortholux, Fa. Leitz) mit geprüftem Höhentreiber mit  $1 \mu\text{m}$ -Teilung verwendet. Wegen der geringen Höhendifferenz zwischen Präparat und Bezugsfläche (Größenordnung  $10 \mu\text{m}$ ) konnte der

systematische Fehler des Höhentriebs vernachlässigt werden. Durch die sehr geringe Schärfentiefe des Objektivs war eine Einstellgenauigkeit von  $\pm 1 \mu\text{m}$  gegeben. Hinzu kommt eine systematische Unsicherheit von ebenfalls  $\pm 1 \mu\text{m}$ , die durch die Unebenheit der Bezugsfläche bedingt ist.

**Einfluß der Temperatur.** Die Interferenzapparatur war in einem Raum aufgestellt, dessen Temperatur auf  $23^\circ\text{C}$  stabilisiert wurde. Während der Interferenzaufnahme und während der Mikrometermessung wurde jeweils der genaue Wert der Temperatur des Distanzstücks mit einem Kupfer-Konstantan-Thermoelement bis auf  $0,1^\circ\text{C}$  genau gemessen. Die erforderliche Vergleichstemperatur wurde in einem Ultrathermostaten hergestellt und mit einem geeichten Thermometer gemessen. Der Eichschein des Innenmikrometers bezieht sich auf  $20^\circ\text{C}$ . Daher mußte die Differenz der Temperaturkoeffizienten von Mikrometerschraube und Distanzstück gemessen werden. Der Wert beträgt  $-(9,6 \pm 1,0) \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$ . Bei der Korrektur von  $L_0$  auf die genaue Temperatur während der Interferenzaufnahme ergeben sich insgesamt ein systematischer und ein zufälliger Fehler von je  $\pm 1 \mu\text{m}$ .

**Lage des Schwärzungsmaximums.** Die Elektronen haben eine endliche Eindringtiefe in die photographische Schicht. Daher wird das Schwärzungsmaximum der LAUE-Reflexe erst in einer gewissen Tiefe unterhalb der Schichtoberfläche angenommen. Der genaue Wert kann unter einem Höhenmikroskop bestimmt werden. Für die verwendeten Ilford-Diapositivplatten ergab sich ein Wert von  $4,4 \pm 2 \mu\text{m}$ , der als Korrektur zu  $L_0$  hinzugefügt wurde.

**Gesamtfehler bei der Bestimmung von  $L_0$ .** Tab. 1 zeigt eine Zusammenstellung der Fehler, die insgesamt bei der Bestimmung von  $L_0$  berücksichtigt wurden. Die angegebenen zufälligen Fehler \* (Standard-Abweichung) beziehen sich auf den Mittelwert aus allen Wiederholungsmessungen, die jeweils an einer Photoplatte ausgeführt wurden. Insgesamt ergeben sich ein systematischer Fehler \* von  $\pm 3,9 \mu\text{m}$  und ein zufälliger Fehler von  $\pm 1,2 \mu\text{m}$ . Bezogen auf die Länge  $L_0 = 332 \text{ mm}$  entspricht das relativen Fehlern von  $\Delta L_0/L_0 = \pm 1,2 \cdot 10^{-5}$  bzw. von  $\Delta L_0/L_0 = \pm 0,4 \cdot 10^{-5}$ .

\* Jede der Meßgrößen  $L_0$ ,  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$ ,  $\lambda$ , aus denen der Wert der Gitterkonstante berechnet wird, wird durch eine Reihe von nicht weiter zerlegten „Elementarmessungen“ bestimmt. Bei Wiederholungsmessungen „unter gleichen Bedingungen“ ergeben sich i. allg. voneinander verschiedenen Meßwerte. Aus ihrer Streuung wurde jeweils auf die übliche Weise der mittlere zufällige Fehler der einzelnen „Elementarmessung“ berechnet und (bei  $n$  wirklich unabhängigen „Elementarmessungen“) zur Reduktion auf den zufälligen Fehler des Mittelwertes (Standard-Abweichung) mit dem Faktor  $1/\sqrt{n}-1$  multipliziert. Hängt das Ergebnis einer „Elementarmessung“ von einem Parameter ab, dessen Wert nur bis auf eine Unsicherheit bekannt ist,

Fehlerquelle	Fehler systematisch ( $\mu\text{m}$ )	Fehler zufällig ( $\mu\text{m}$ )	Fehlerquadrat systematisch ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	Fehlerquadrat zufällig ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>
Abstand Präparat-Bezugsfläche	$\pm 1$	$\pm 0,5$	1	0,25
Abstand Präparat-Photoplatte	$\pm 3$	$\pm 0,5$	9	0,25
Lage des Schwärzungsmaximums	$\pm 2$	—	4	—
Temperatoreinfluß	$\pm 1$	$\pm 1,0$	1	1,00
Summe der Fehlerquadrate			15	1,5

Tab. 1. Zusammenstellung der Fehler, die bei der Bestimmung der Länge  $L_0$  berücksichtigt wurden.

#### 4. Die Bestimmung der Reflexabstände $R_i$

Die Bestimmung der Reflexabstände  $R_i$  wurde unter einem ABBE-Komparator ausgeführt. Zunächst werden die Fehler, die bei der Komparator-Messung entstehen, diskutiert und zu einem Gesamtfehler zusammengefaßt. Die Größen  $R_i$  sind jedoch noch mit weiteren Fehlern behaftet: Das Interferenzdiagramm stellt im Idealfall eine zentrale Projektion des reziproken Gitters auf die Photoplatte dar. Tatsächlich ist das Diagramm jedoch durch eine Reihe sehr verschiedener „Abbildungsfehler“ verzerrt, deren Größen anschließend diskutiert und zu einem gesamten „Abbildungsfehler“ zusammengefaßt werden. Abschließend werden die Gesamtfehler der Komparator-messung und der gesamte „Abbildungsfehler“ zum Gesamtfehler zusammengesetzt, mit dem die Reflexabstände  $R_i$  behaftet sind.

##### 4.1 Die Komparatormessung

Für die Bestimmung der Reflexabstände wurde ein Verschiebungskomparator (Fa. Jenoptik Jena GmbH) verwendet. Zur Erfüllung der ABBESchen Komparatorbedingung wird die Meßstrecke in geradliniger Fortsetzung zu einem eingebauten 200 mm-Glasmaßstab auf einer Tischplatte montiert, die gegenüber

so entsteht ein Fehler, der bei einer Wiederholungsmessung unter völlig identischen Bedingungen nicht verringert werden kann. Werden dagegen die Bedingungen für jede Wiederholungsmessung so variiert, daß der fragliche Parameter innerhalb des Unsicherheitsintervalls mit großer Wahrscheinlichkeit jedesmal einen anderen Wert hat, so kann auch ein solcher Fehler reduziert werden. — Um Eindeutigkeit zu schaffen, wird im folgenden jeder Fehler als systematisch bezeichnet, der bei einer Wiederholung des gesamten ausgeführten Meßprogramms für die Gitterkonstantenbestimmung nicht verringert werden kann. Alle anderen Fehler werden als zufällig bezeichnet.

einem Einstell- und einem Meßmikroskop verschoben werden kann. Zur Messung werden die Reflexe nacheinander zwischen zwei parallelen Strichmarken in der Bildebene des Einstellmikroskopes eingefangen. Für das Auge sind dabei die Reflexdurchmesser (Größenordnung  $10 \mu\text{m}$ ) nicht entscheidend, solange sie nicht größer als der Strichabstand sind. Das Meßmikroskop zur Bestimmung der Lage der Maßstabsstrichmarken ist mit einem Feinmeßokular mit archimedischer Doppelspirale nach BAUERSFELD ausgerüstet. Die Ablesemöglichkeit beträgt  $0,1 \mu\text{m}$ .

**Justierung der Photoplatte.** Die Justierbewegungen der Photoplatte zur Erfüllung der ABBE-schen Bedingung wurden in einem besonderen Drehstisch vorgenommen. Als Einstellkriterium wurde eine punktförmige Marke in der Bildebene des Einstellmikroskopes verwendet. Die Photoplatte wurde so justiert, daß beide Reflexe, die eine Meßstrecke begrenzen, durch eine Tischverschiebung nacheinander parallelaxenfrei mit dieser Marke zur Deckung gebracht werden können. Die Winkelabweichung der Meßstrecke von der parallelen Lage zum Glasmaßstab betrug dann höchstens  $\pm 3 \cdot 10^{-3} \text{ rad}$ . Dem entspricht ein systematischer relativer Fehler der gemessenen Reflexabstände von  $\Delta R/R = (-5 \pm 5) \cdot 10^{-6}$ . Die seitliche Abweichung der Meßstrecke vom Maßstab betrug höchstens  $0,2 \text{ mm}$ , die Führungsfehler der Tischplatte sind nach Angabe des Herstellers geringer als  $3 \cdot 10^{-4} \text{ rad}$ . Daraus resultiert ein systematischer Kippungsfehler erster Ordnung von  $\pm 0,06 \mu\text{m}$ .

**Fehler der Spirale.** Durch Anlegen und Abtragen der archimedischen Spirale an jeden Teilstrich des Glasmaßstabes entsteht im Prinzip für die Gesamtstrecke von  $200 \text{ mm}$  eine  $0,1 \mu\text{m}$ -Teilung, in die Fehler der Spirale bei fehlerfreiem Glasmaßstab mit einer Periode von  $1 \text{ mm}$  eingehen. Im Abstand  $x$  vom Teilstreichen  $0$  wird daher  $f(x) = x + h(x)$  abgelesen, wobei  $h(x)$  der periodische Anteil ist. Bei der Längenbestimmung einer Strecke der Länge  $R$  aus der Differenz zweier Ablesungen  $x + h(x)$  und  $x + R + h(x + R)$  entsteht also der Fehler  $h(x + R) - h(x)$ . Da das Integral von  $h(x)$  über eine volle Periode unabhängig von den Integrationsgrenzen ist, verschwindet dieser Fehler für den Mittelwert aus hinreichend vielen Messungen, bei denen der Punkt  $x$ , von dem aus die Länge  $R$  abgetragen wird, gleichmäßig über ein Intervall der Länge  $1 \text{ mm}$  variiert. Um die Größenordnungen abzuschätzen, wurde  $h(x)$  über die ganze Spirale bis auf eine Unsicherheit von  $\pm 0,15 \mu\text{m}$  bestimmt. Im Maximum war  $h(x) = 0,3 \mu\text{m}$ . Daher konnten die Spiralfehler durch die beschriebene Mittelbildung bereits bei wenigen Messungen vernachlässigt werden.

**Fehler des Glasmaßstabes.** Der  $200 \text{ mm}$ -Glasmaßstab ist von der Jenoptik Jena GmbH geeicht. Die Abweichungen der vom Teilstreichen  $0$  und von den jeweiligen Teilstreichen begrenzten Strecken  $R$  von ihren Soll-Längen sind als Korrekturwerte in Einheiten von  $0,1 \mu\text{m}$  mit einer Unsicherheit von  $\pm (0,4 \mu\text{m}$

$+ 10^{-6} R)$  angegeben. Daher sind kurze Strecken im relativen Maßstab bis um den Faktor 100 unsicherer als lange Strecken. Es ist jedoch möglich, mit Hilfe eines zweiten Glasmaßstabes, der mit der gleichen Genauigkeit geeicht ist, die Genauigkeit für kurze Strecken zu verbessern.

Hierzu wurde jede für die Bestimmung der Reflexabstände verwendete Vergleichsstrecke des  $200 \text{ mm}$ -Maßstabes mit solchen Teilstrecken eines von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt geeichten  $100 \text{ mm}$ -Glasmaßstabes (Fa. Leitz) verglichen, die sich zu einer möglichst langen Gesamtstrecke zusammenschließen. Dabei überträgt sich die größere relative Genauigkeit, mit der die Gesamtstrecke bekannt ist, auf den Mittelwert, der aus der Länge der Teilstrecken gebildet ist. Auf diese Weise konnten die Längen der verwendeten Vergleichsstrecken des  $200 \text{ mm}$ -Glasmaßstabes bis auf eine Unsicherheit von  $\pm 0,15 \mu\text{m}$  festgestellt werden. Dabei ergab sich eine volle Übereinstimmung mit den Korrekturwerten der Jenoptik Jena GmbH.

**Einfangunsicherheit.** Das visuelle Verfahren, einen Reflex zwischen zwei parallelen Strichmarken einzufangen, führt zu einem verhältnismäßig großen zufälligen Fehler, der stark von der Konzentration des Beobachters abhängt. Daher wurde die Messung eines Reflexabstandes jeweils 36-mal wiederholt, und zwar zur Elimination der Spiralfehler in 9 verschiedenen Bereichen der Spirale. Abb. 4 zeigt ein Beispiel für die

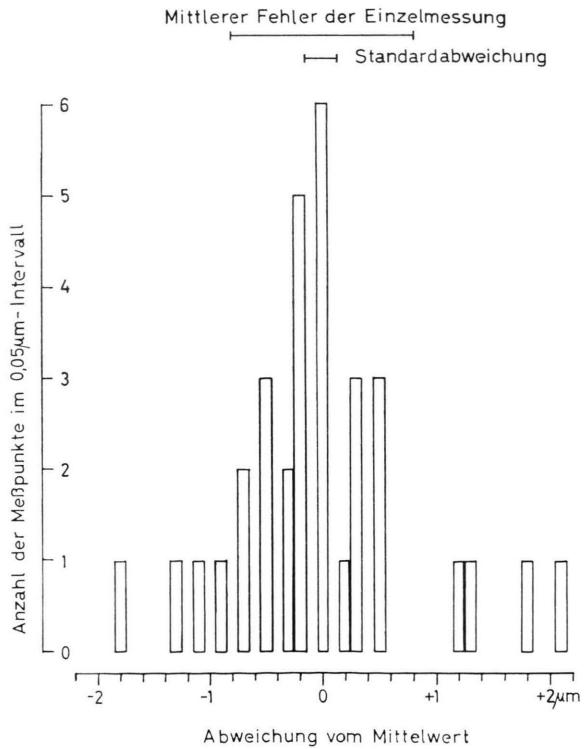


Abb. 4. Beispiel für die Streuung der Einzelmessungen bei der Komparatormessung. Aufgetragen ist die Anzahl der Meßwerte, die jeweils in ein Intervall der Breite  $0,05 \mu\text{m}$  fallen.

Streuung der Einzelmessungen. Aufgetragen ist die Anzahl der Meßwerte, die jeweils in ein Intervall der Breite  $0,05 \mu\text{m}$  fallen. Der mittlere Fehler der Einzelmessung beträgt  $\pm 0,4 \mu\text{m}$ , der Fehler des Mittelwertes  $\pm 0,07 \mu\text{m}$ . Jedoch kommen auch Meßreihen vor, bei denen diese Werte bis auf  $0,9 \mu\text{m}$  bzw.  $0,15 \mu\text{m}$  anwachsen.

**Einfluß der Temperatur.** Die Komparatormessung wurde in einem Raum ausgeführt, dessen Temperatur auf  $20^\circ\text{C}$  stabilisiert war. Geringfügige Abweichungen der Komparatortemperatur von diesem Wert durch die Körperwärme des Beobachters wurden mit einem Kupfer-Konstantan-Thermoelement auf  $0,1^\circ\text{C}$  genau gemessen. Zur Korrektur der gemessenen Reflexabstände auf die Temperatur während der Interferenzaufnahme (etwa  $23^\circ\text{C}$ ) wurde die Differenz der Ausdehnungskoeffizienten von Komparator-Glasmaßstab und Ilford-Diapositivplatte gemessen. Der Wert beträgt  $(2,1 \pm 1) \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$ . Insgesamt ergibt der Temperatureinfluß einen systematischen und zufälligen Fehler von je  $\Delta R/R = \pm 5 \cdot 10^{-6}$ .

**Gesamtfehler bei der Komparatormessung.** Tab. 2 zeigt eine Zusammenstellung der Fehler, die bei der Komparatormessung berücksichtigt wurden. Die zufälligen Fehler beziehen sich auf den Mittelwert aus allen Einzelmessungen, die

Fehlerquelle	Fehler		Fehlerquadrat	
	systematisch ( $\mu\text{m}$ )	zufällig ( $\mu\text{m}$ )	systematisch ( $\mu\text{m}^2$ )	zufällig ( $\mu\text{m}^2$ )
Dejustierung der Photoplatte	$\pm 0,06$	$\pm 0,07$	0,0036	0,0049
Glasmaßstab	$\pm 0,15$	—	0,0225	—
Einfangunsicherheit	—	$\pm 0,15$	—	0,0225
Temperatur	$\pm 0,07$	$\pm 0,07$	0,0049	0,0049
Summe der Fehlerquadrate			0,031	0,032

Tab. 2. Zusammenstellung der Fehler, die bei der Komparatormessung berücksichtigt wurden.

zur Bestimmung eines Reflexabstandes durchgeführt wurden. Für Fehler, die proportional zur Länge der Meßstrecke anwachsen, wurde der mittlere Reflexabstand  $R = 14 \text{ mm}$  zugrunde gelegt. Insgesamt ergeben sich ein systematischer und ein zufälliger Fehler von je  $\pm 0,18 \mu\text{m}$ . Im relativen Maß betragen diese Fehler, bezogen auf den mittleren Reflexabstand, je  $\Delta R/R = \pm 1,3 \cdot 10^{-5}$ .

#### 4.2. „Abbildungsfehler“

Es werden Ursache und Größenordnung der verschiedenen „Abbildungsfehler“ diskutiert. Für einen Teil dieser Fehler ist die Verzerrung der Reflexabstände so gering ( $\Delta R/R < 1 \cdot 10^{-6}$ ), daß sie vernach-

lässigt werden konnte. Andere Abbildungsfehler sind vergleichbar mit dem Gesamtfehler der Komparatormessung. Sie wurden zu einem gesamten „Abbildungsfehler“ zusammengesetzt (vgl. Tab. 3).

**Schwankungen der Einstrahlrichtung.** Über längere Zeit ist die Einstrahlrichtung des Elektronenstrahls in das Präparat nicht ganz konstant, da schwankende magnetische Gleichfelder aus entfernten Versorgungsleitungen (Straßenbahn) am Ort der magnetischen Linsen durchgreifen. Aus diesem Grunde wurde die Belichtungszeit kurz gewählt (Größenordnung 1 sec) und die Größe der Störfeld-Schwankungen jedesmal parallel während der Belichtungszeit mit einem Försterschen Oerstedmeter registriert. Es wurden nur solche Interferenzaufnahmen ausgewertet, bei denen das Störfeld konstant war. Die verbleibende Unsicherheit für die Reflexabstände betrug  $\Delta R = \pm 0,03 \mu\text{m}$ .

Es sei bemerkt, daß sich die Größe der Störfeldschwankungen auch nachträglich aus den Interferenzaufnahmen ablesen läßt. Das mikroskopische Bild eines Reflexes erscheint auf einer getrockneten Photoplatte als nahezu vollkommen runder Schwärzungsfleck mit einem Durchmesser von Größenordnungsmäßig  $10 \mu\text{m}$ . Bei dieser Beobachtungsart wird jedoch das Winkelauflösungsvermögen der Interferenzapparatur durch die Bildverbreiterung in der photographischen Schicht verschlechtert. Im nassen Zustand ist die Schicht jedoch so sehr aufgequollen, daß das in der Tiefe liegende, durch Elektronenstreuung verbreiterte Bild unter einem Objektiv mit sehr geringer Schärfentiefe abgetrennt werden kann und das sehr viel schärfere Bild unmittelbar in der Schichtoberfläche beobachtet werden kann. Dieses Reflexbild ist nur dann vollkommen rund, wenn die Einstrahlrichtung innerhalb des außerordentlich geringen Winkelbereiches von  $\pm 3 \cdot 10^{-6} \text{ rad}$  stabil war.

**Einfluß des Kristallpotentials.** Das innere Potential  $U_i$  des Präparates ändert die Elektronenwellenlänge im Kristallinneren geringfügig. Daraus resultieren eine Brechung der Elektronen an den Grenzflächen und eine Änderung der BRAGGSchen Winkel gegenüber dem Fall  $U_i = 0$ . Es ist bekannt, daß sich beide Effekte für eine planparallele Platte bei senkrechter Einstrahlung und kleinen Streuwinkeln kompensieren. Im vorliegenden Fall ergab die Rechnung einen verbleibenden Effekt von nur  $\Delta R/R = \pm 1 \cdot 10^{-6}$ .

**Elekrostatische Aufladungen.** Bei der Registrierung der LAUE-Reflexe gelangt nur eine außerordentlich geringe Ladungsmenge auf die Photoplatte. In einem Reflex finden sich Größenordnungsmäßig 1000 Elektronen, und das dazwischenliegende Gebiet der Photoplatte ist nahezu ungeschwärzt. Ebenso wird das Präparat von einem sehr geringen Strahlstrom getroffen (maximal  $10^{-11} \text{ A}$ ). Es läßt sich abschätzen, daß elektrostatische Aufladungen der Photoplatte und des Präparates unter diesen Umständen zu vernachlässigigen sind. Diese Abschätzung wird gestützt durch die Konsistenz aller Messungen (unabhängig von der jeweiligen Größe des Strahlstromes).

**Energieverluste im Kristall.** Beim Durchgang durch einen Kristall erleidet ein Teil der Elektronen einen charakteristischen Energieverlust  $\Delta E$  (bei Silicium beträgt  $\Delta E$  etwa 16 Volt) und wird daher gegenüber den Elektronen mit unveränderter Energie  $E$  bei der BRAGGSchen Reflexion in größere Winkel gestreut. Der resultierende Fehler kann abgeschätzt werden, da die freie Weglänge (in Silicium) und die Winkelverteilungsfunktion für den unelastischen Streuprozeß bekannt sind. Es ergibt sich ein zu vernachlässigender Effekt.

**Das magnetische Restfeld im Laufraum.** In allen Bereichen des eigentlichen Laufraumes wurde das verbleibende magnetische Restfeld mit einem FÖRSTERSchen Oerstedmeter gemessen. Für die Feldkomponenten in axialer Richtung und senkrecht dazu ergaben sich Mittelwerte von  $8 \cdot 10^{-4}$  Oe bzw.  $3 \cdot 10^{-4}$  Oe. Diese Beträge können völlig vernachlässigt werden. Jedoch ist die senkrechte Komponente über einen Querschnitt des Laufraumes nicht ganz konstant. Für die verschiedenen Elektronenbahnen ergeben sich Unterschiede von knapp  $2 \cdot 10^{-5}$  Oe. Der Einfluß dieses Feldgradienten auf die Elektronenbahnen kann durch einen systematischen und einen zufälligen Fehler von je  $0,1 \mu\text{m}$  für die Reflexabstände erfaßt werden.

**Formbeständigkeit der photographischen Schicht.** Die Reflexe werden als latente Bilder auf der evakuierten photographischen Schicht registriert. In dem nachfolgenden Entwicklungsprozeß quillt die Schicht zunächst beträchtlich auf und wird dann wieder getrocknet. Es kann nicht erwartet werden, daß die Reflexabstände dabei ungeändert bleiben. Es wurde ein relativ großer Effekt festgestellt: Zwei Blenden, die in festem Abstand montiert waren, wurden lichtoptisch auf Photoplatte kopiert, die unmittelbar zuvor aus dem Vakuum kamen. Die entwickelten Blendenlochbilder wiesen gegenüber dem Originalabstand Abstandsänderungen bis zu  $0,3 \mu\text{m}$  auf. Ein systematischer Effekt konnte bis auf  $\Delta R/R = \pm 6 \cdot 10^{-5}$  ausgeschlossen werden.

**Gesamter „Abbildungsfehler“.** Tab. 3 zeigt die „Abbildungsfehler“, die nicht vernachlässigt werden konnten. Für Fehler, die proportional

zur Länge der Meßstrecke anwachsen, wurde ein mittlerer Reflexabstand  $R = 14 \text{ mm}$  zugrunde gelegt. Insgesamt ergeben sich ein systematischer Fehler von  $\pm 0,15 \mu\text{m}$  und ein zufälliger Fehler von  $\pm 0,32 \mu\text{m}$ . Im relativen Maß betragen diese Fehler  $\Delta R/R = \pm 1,0 \cdot 10^{-5}$  bzw.  $\Delta R/R = \pm 2,3 \cdot 10^{-5}$ .

#### 4.3 Gesamtfehler bei der Bestimmung der Reflexabstände

In Tab. 4 werden der Gesamtfehler der Komparatormessung und der gesamte Abbildungsfehler durch quadratische Addition zum Gesamtfehler zusammengesetzt, mit dem die gemessenen Reflexabstände be-

Fehlerquelle	Fehler		Fehlerquadrat	
	systematisch ( $\mu\text{m}$ )	zufällig ( $\mu\text{m}$ )	systematisch ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	zufällig ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>
Komparator	$\pm 0,18$	$\pm 0,18$	0,031	0,032
Abbildungsfehler	$\pm 0,15$	$\pm 0,32$	0,021	0,10
Summe der Fehlerquadrate			0,052	0,132

Tab. 4. Kombination des Gesamtfehlers der Komparatormessung und des gesamten „Abbildungsfehlers“ zum Gesamtfehler, mit dem die Reflexabstände  $R_i$  behaftet sind.

haftet werden müssen. Die angegebenen Fehler beziehen sich auf einen mittleren Reflexabstand  $R = 14 \text{ mm}$ . Insgesamt ergeben sich ein systematischer Fehler von  $0,23 \mu\text{m}$  und ein zufälliger Fehler von  $0,36 \mu\text{m}$ . Im relativen Maß betragen diese Fehler  $\Delta R/R = \pm 1,6 \cdot 10^{-5}$  bzw.  $\Delta R/R = \pm 2,6 \cdot 10^{-5}$ .

#### 5. Die Bestimmung der Elektronenwellenlänge $\lambda$

Die Elektronenwellenlänge  $\lambda$  ist durch die DE BROGLIESche Beziehung

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{e m_0}} \cdot \frac{1}{\sqrt{(2 + e U/m_0 c^3) U/c}} \quad (2)$$

definiert. Darin ist  $h$  das Wirkungsquantum,  $m_0$  die Ruhemasse des Elektrons,  $c$  die Lichtgeschwindigkeit,  $e$  die Elementarladung in elektrostatischen Einheiten und  $U$  die Beschleunigungsspannung in elektromagnetischen Einheiten.

Gegenüber den von WITT<sup>2</sup> zugrunde gelegten Werten für die Naturkonstanten  $h$ ,  $e$ ,  $m_0$ ,  $c$  sind in-

Fehlerquelle	Fehler		Fehlerquadrat	
	systematisch ( $\mu\text{m}$ )	zufällig ( $\mu\text{m}$ )	systematisch ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>	zufällig ( $\mu\text{m}$ ) <sup>2</sup>
Variation der Einstrahlrichtung	$\pm 0,03$	—	0,0009	—
Kristallpotential	$\pm 0,014$	—	0,0002	—
Magnet. Restfeld im Laufraum	$\pm 0,10$	$\pm 0,10$	0,01	0,01
Photographische Schicht	$\pm 0,10$	$\pm 0,30$	0,01	0,09
Summe der Fehlerquadrate			0,021	0,10

Tab. 3. Zusammenstellung der „Abbildungsfehler“, die nicht vernachlässigt werden konnten.

<sup>7</sup> E. R. COHEN u. J. W. M. DuMONT, Rev. Mod. Phys. 37, 537 [1965].

zwischen neue Werte von COHEN und DUMOND<sup>7</sup> empfohlen worden \*\*.

Der neue Wert für die Lichtgeschwindigkeit liegt nur unwesentlich anders. Nunmehr ist

$$c = (299\,792,5 \pm 0,1) \cdot 10^5 \text{ cm sec}^{-1}.$$

Dagegen ergibt sich aus den neuen Werten für  $h$ ,  $e$ ,  $m_0$  für  $h/Ve m_0$  ein im relativen Maß um nahezu  $3 \cdot 10^{-5}$  größerer Wert. Nunmehr ist

$$\frac{h}{Ve m_0} = (1,001\,687 \pm 0,000\,010) \cdot 10^{-8} \text{ erg sec g}^{-1/2} (\text{esE})^{-1/2}.$$

Der zugehörige Fehler wurde unter Berücksichtigung der Korrelation zwischen den Größen  $h$ ,  $e$ ,  $m_0$  berechnet. Er bestimmt im wesentlichen den Fehler, der insgesamt aus den Werten der Naturkonstanten auf die Elektronenwellenlänge übertragen wird. Insgesamt ergibt sich eine Unsicherheit von  $\Delta\lambda/\lambda = \pm 1 \cdot 10^{-5}$ .

In der BRAGGSchen Gl. (1) darf für  $\lambda$  die Elektronenwellenlänge außerhalb des Kristalls eingesetzt werden, da der Einfluß der Wellenlängenänderung bei Eintritt in den Kristall gerade durch den Brechungseffekt kompensiert wird. Das bedeutet, daß in der DE BROGLIESchen Beziehung (2)

$$U = U_b + \Phi_K + U_r - \Phi_M$$

gesetzt wird, wobei  $U_b$  der Spannungsabfall zwischen Kathoden-Heizfadenspitze und Anode ist,  $\Phi_K$  das Austrittspotential des Kathoden-Heizfadens,  $U_r$  die Höhe des Potentialberges durch Raumladung vor der Kathode und  $\Phi_M$  das Austrittspotential der Kamerawand. Der Spannungsabfall  $U_b$  von ungefähr  $-50$  kV wurde nach dem Verfahren von WITT<sup>8</sup> bis auf eine Unsicherheit von  $\Delta U_b/U_b = \pm 1 \cdot 10^{-5}$  absolut gemessen. Die Bestimmung der Potentialdifferenz  $U_z = \Phi_K + U_r - \Phi_M$  konnte gegenüber der Messung von WITT<sup>2</sup> soweit verbessert werden, daß sie praktisch zu keiner zusätzlichen Unsicherheit für die Elektronenwellenlänge führt<sup>9</sup>.

**Gesamtfehler bei der Bestimmung der Elektronenwellenlänge.** In Tab. 5 sind die Fehler zusammengestellt, die bei der Bestimmung der Elektronenwellenlänge berücksichtigt

\*\* Auf Grund des neuen Wertes für  $h/Ve m_0$  müssen die in<sup>2</sup> gemessenen Werte für die TiCl-Gitterkonstante um nahezu  $3 \cdot 10^{-5}$  ihres Wertes angehoben werden. Andererseits ergibt sich aus der Diskussion in Abschnitt 8, daß auch der entsprechende RÖNTGEN-Wert angehoben werden muß, und

wurden. Der Gesamtfehler beträgt  $\Delta\lambda/\lambda = \pm 1,1 \cdot 10^{-5}$ . Er geht als systematischer Fehler in die Gitterkonstantenbestimmung ein.

Fehlerquelle	$\frac{\Delta U}{U} \cdot 10^5$	$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot 10^5$	$\left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot 10^5\right)^2$
Wert der Natur-Konstanten	—	$\pm 0,98$	0,96
Hochspannung $U_b$	$\pm 1,0$	$\pm 0,5$	0,25
Potentialdifferenz $U_z$	$\pm 0,6$	$\pm 0,3$	0,09
Summe der Fehlerquadrate			1,30

Tab. 5. Zusammenstellung der Fehler, die bei der Bestimmung der Elektronenwellenlänge  $\lambda$  berücksichtigt wurden.

### 6. Gesamtfehler der Gitterkonstantenmessung

Zunächst wird das bereits skizzierte Verfahren beschrieben, nach dem der Inzidenzwinkel im Mehrstrahlfall vollständig aus der Gitterkonstantenberechnung eliminiert werden kann. Die Gitterkonstante erscheint dann als Funktion der Meßgrößen  $L_0$ ,  $R_i$ ,  $\lambda$ , deren Fehler bereits diskutiert sind. Anschließend wird untersucht, in welcher Weise sich die Fehler dieser Meßgrößen auf die Gitterkonstante übertragen, so daß der Gesamtfehler der Gitterkonstantenmessung angegeben werden kann.

Elimination des Inzidenzwinkels im Mehrstrahlfall. In Abb. 5 ist dargestellt, wie der Kegelschnitt S in der Photoplatteebene PL durch

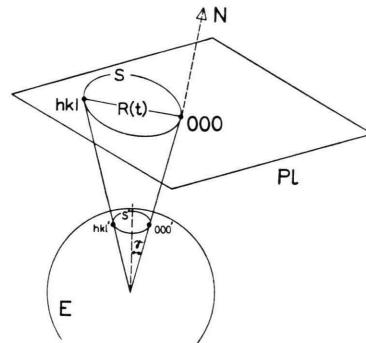


Abb. 5. Zur Entstehung des Kegelschnittes S in der Photoplatteebene PL durch zentrale Projektion des Zonenkreises S' vom Mittelpunkt der Ewald-Kugel E. Der Normalenvektor N charakterisiert die Orientierung der Photoplatte. — 000' und  $hkl'$  = Punkte im reziproken Gitter,  $R(t)$  = Abstand des LAUE-Reflexes  $hkl$  vom Primärfelektrone 000,  $\gamma$  = Öffnungswinkel des Projektionskegels.

zwar um  $3,7 \cdot 10^{-5}$  seines Wertes. Daher ist die in<sup>2</sup> gefundene Übereinstimmung der Gitterkonstanten  $a_{100}$ ,  $a_{200}$  und  $a_{310}$  mit dem RÖNTGEN-Wert nach wie vor gegeben.

<sup>8</sup> W. WITT, Z. Angew. Phys. 17, 364 [1964].

<sup>9</sup> H. KIENDL, Dissertation, Hamburg 1966.

zentrale Projektion des Zonenkreises  $S'$  im reziproken Gitter vom Mittelpunkt der EWALD-Kugel  $E$  entsteht. Den reziproken Gitterpunkten  $000'$  und  $hkl'$  entsprechen dabei der Primärreflex  $000$  und der LAUE-Reflex  $hkl$ . In ihrer Gesamtheit erfüllen die Projektionsstrahlen einen Kegelmantel, dessen Öffnungswinkel mit  $\gamma$  bezeichnet ist. Die geometrische Anschaung zeigt, daß der Kegelschnitt  $S$  durch folgende vier Parameter festgelegt ist: durch den Öffnungswinkel  $\gamma$ , durch den Abstand  $L_0$  der Photoplatte vom Mittelpunkt der EWALD-Kugel und durch zwei Winkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$ , die die Richtung der Flächennormale  $N$  auf der Photoplatte charakterisieren.

Der Abstand  $R(t)$  eines Reflexes auf dem Kegelschnitt vom Primärfleck kann daher in der Form

$$R(t) = R(\gamma, L_0, \varphi_1, \varphi_2; t)$$

dargestellt werden (worin  $t$  ein laufender Parameter ist).

Der Parameter  $L_0$  konnte unmittelbar als Lot vom Präparat auf die Photoplatte gemessen werden. Es verbleiben drei unbekannte Parameter, wobei für den Öffnungswinkel  $\gamma$  auch die Gitterkonstante  $a$  eingeführt werden kann, denn  $\gamma$  ist durch die Gitterkonstante und die Elektronenwellenlänge bestimmt. Werden also im Mehrstrahlfall drei verschiedene Reflexabstände  $R(t_i)$  gemessen, so können die Gitterkonstante  $a$  ebenso wie die Winkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$  berechnet werden.

Im vorliegenden Fall wurde ein Sechsstrahlfall angeregt, so daß fünf Reflexabstände gemessen werden konnten. Das Gleichungssystem zur Berechnung von  $a, \varphi_1, \varphi_2$  ist dann überbestimmt. Daher konnte ein Ausgleichsverfahren angewendet werden, das diese Parameter mit erhöhter Genauigkeit ergibt: Zu jeder Interferenzaufnahme wurde nach dem GAUSSschen Verfahren der Kegelschnitt aufgesucht, der die gemessenen Reflexabstände  $R_i$  mit minimaler Fehlerquadratsumme approximiert. Die Parameter dieses Ausgleichs-Kegelschnittes sind dann gerade die gesuchten Größen  $a, \varphi_1, \varphi_2$ . Die Gitterkonstante  $a$  ergibt sich somit (ebenso wie die Winkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$ ) als Funktion der Meßgrößen  $L_0, R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, \lambda$ .

Die numerische Durchführung der Ausgleichsrechnung ist aufwendig. Sie wurde daher auf einem Rechner ausgeführt. Damit war gleichzeitig sichergestellt, daß Fehler durch Reihenentwicklung der erforderlichen trigonometrischen Funktionen völlig zu vernachlässigen sind.

**Gesamtfehler bei der Gitterkonstantenbestimmung.** Für das beschriebene Ausgleichsverfahren ist wesentlich, in welchem Maße sich Meßfehler in den Größen  $L_0, R_i, \lambda$  auf die Gitterkonstante  $a$  übertragen. Analytisch läßt sich nicht mehr übersehen, ob  $a$  in diesen Größen überhaupt ein totales Differential besitzt. Numerische Rechnungen zeigen jedoch, daß sich die partiellen Ableitungen linear kombinieren. Daher können die üblichen Methoden der Fehlerfortpflanzung angewendet werden.

Tab. 6 zeigt, wie sich der Wert für die Gitterkonstante im relativen Maß ändert, wenn jeweils eine der zugrunde liegenden Meßgrößen um  $+1 \cdot 10^{-5}$  ihres Wertes geändert wird. Insbesondere zeigt sich,

Meßgröße	Variation der Gitterkonstante in Einheiten $(\Delta a/a) \cdot 10^{-5}$ bei einer relativen Variation der Meßgröße um $+1 \cdot 10^{-5}$
$R_1$	-0,589
$R_2$	-0,255
$R_3$	+0,682
$R_4$	-0,255
$R_5$	-0,589
$L_0$	+1,000
$\lambda$	+1,000

Tab. 6.  
Einfluß der einzelnen Meßgrößen auf den Wert der Gitterkonstante.

dass  $\partial a / \partial R_i$  verschiedenes Vorzeichen haben kann. Aus diesem Grunde erscheint es gerechtfertigt, eine gewisse Kopplung der Fehler für die Reflexabstände zu vernachlässigen, die durch einen fortschreitenden Fehleranteil bei der Komparatormessung gegeben sein kann. Der Gesamtfehler der Gitterkonstante ergibt sich dann einfach durch quadratische Addition der Fehlerbeiträge, die aus den Meßgrößen  $L_0, R_i, \lambda$  kommen.

Auf diese Weise ist in Tab. 7 zusammengestellt, mit welchem Anteil die in den vorangegangenen Abschnitten diskutierten Fehlerquellen in den Gesamtfehler der Gitterkonstante eingehen. Die Fehleranteile sind aufgetrennt in einen systematischen Anteil, der sich bei Wiederholung des gesamten Meßprogramms nicht reduziert, und in die zufälligen Anteile, die sich bei der Auswertung einer einzigen Interferenzaufnahme bzw. bei der Auswertung von 18 Interferenzaufnahmen für den Endwert der Gitterkonstante ergeben. In der letzten Zeile der Tabelle ist die quadratische Summe der Spalten eingetragen.

Fehlerquelle	$(\Delta a/a) \cdot 10^{-5}$		
	syste-matischer Anteil	zufälliger Anteil bei einer Auf-nahme	zufälliger Anteil bei 18 Auf-nahmen
Abstand Präparat-Photoplatte	$\pm 1,2$	$\pm 0,4$	$\pm 0,1$
Komparator-messung	$\pm 1,7$	$\pm 1,8$	$\pm 0,5$
Abbildungsfehler	$\pm 1,2$	$\pm 3,2$	$\pm 1,1$
Elektronen-wellenlänge	$\pm 1,1$	—	—
	$\pm 2,6$	$\pm 3,7$	$\pm 1,2$

Tab. 7. Zur Berechnung des Gesamtfehlers der Gitterkonstantenmessung.

Damit ist gezeigt, daß der gesamte systematische Fehler bei der durchgeführten Gitterkonstantenbestimmung

$$(\Delta a/a)_{\text{syst.}} = \pm 2,6 \cdot 10^{-5}$$

beträgt.

Daneben interessieren noch die Werte für den Gesamtfehler, die sich hieraus durch quadratische Addition der zufälligen Fehler ergeben. Bei der Auswertung von nur einer Interferenzaufnahme beträgt der Gesamtfehler noch

$$(\Delta a/a)_{\text{Einzelmessung}} = \pm 4,5 \cdot 10^{-5}.$$

Bei der Auswertung von 18 Interferenzaufnahmen beträgt der Gesamtfehler jedoch nur

$$(\Delta a/a)_{\text{Gesamtmessung}} = \pm 2,9 \cdot 10^{-5},$$

d. h. er wird dann bereits im wesentlichen durch den systematischen Fehler bestimmt. Der Gesamtfehler der Gitterkonstantenmessung kann also bei einer vernünftigen Anzahl von Interferenzaufnahmen auf unter  $\Delta a/a = \pm 3 \cdot 10^{-5}$  reduziert werden.

Zur Illustration zeigt Tab. 8 das Beispiel einer Einzelmessung. Eingetragen sind die endgültigen

$L_0 = 332395,4 \pm 4,1 \mu\text{m}$
$R_1 = 9304,1 \pm 0,4 \mu\text{m}$
$R_2 = 16125,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$
$R_3 = 18626,2 \pm 0,5 \mu\text{m}$
$R_4 = 16125,3 \pm 0,5 \mu\text{m}$
$R_5 = 9304,6 \pm 0,4 \mu\text{m}$
$\lambda = 00537299 \pm 0,0000006 \text{ \AA}$
$a = 5,43090 \pm 0,00024 \text{ \AA}$

Tab. 8. Beispiel einer Einzelmessung.

\*\*\* Herrn Prof. Dr. H.-U. HARTEN (ehemals Philips-Zentrallaboratorium Hamburg) danke ich sehr für die Bereitstellung des Silicium-Einkristalls.

Absolutwerte für die Meßgrößen  $L_0$ ,  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$ ,  $R_5$ ,  $\lambda$  (nach Berücksichtigung aller Korrekturen) zusammen mit den zugehörigen Gesamtfehlern. Aus diesen Eingangsgrößen ergibt die Ausgleichsrechnung den in der letzten Zeile angegebenen Wert für die Gitterkonstante  $a$ . Der zugehörige Gesamtfehler der Einzelmessung ergibt sich über Tab. 6 aus den angegebenen Fehlern der Eingangsgrößen.

## Die Absolutmessung an Silicium

### 7. Die Präparate

Die Herstellung der Präparate wurde an anderer Stelle ausführlich beschrieben<sup>3</sup>. Daher genügt es, sich auf das hier Wesentliche zu beschränken.

A u s g a n g s m a t e r i a l. Als Ausgangsmaterial für die Präparate dienten geläpppte Siliciumscheiben mit einer Dicke von etwa  $300 \mu\text{m}$ , die senkrecht zur 111-Richtung aus dem gleichen Indium-dotierten Silicium-Einkristall geschnitten waren. Nach Angabe des Herstellers \*\*\* kann die aus der Leitfähigkeit berechnete Dotierungskonzentration von etwa  $2 \cdot 10^{13}$  Indiumatome/cm<sup>3</sup> als Maß für die gesamte Verunreinigungskonzentration angesehen werden, da der Einkristall im Vakuum, d. h. ohne Schutzgasatmosphäre gezogen wurde. Von einer so geringen Verunreinigungskonzentration sind keine meßbaren Gitterkonstantenänderungen zu erwarten<sup>10</sup>.

H e r s t e l l u n g d e r P r ä p a r a t e. Die Siliciumscheiben wurden mit einer rotierenden Schleifkugel beiderseits angeschliffen, so daß das Profil einer Konkavlinie erzeugt wird. Auf diese Weise entsteht in der Mitte eine dünne Stelle, die ringsherum durch einen massiven Rahmen mechanisch gestützt wird. Durch eine besondere Einbettungstechnik für die Präparate lassen sich im Zentrum Schichtdicken von unter  $5000 \text{ \AA}$  bei optisch einwandfreier Oberfläche erreichen. Diese Schichten sind bereits für Elektronen durchstrahlbar. Sie zeigen KIKUCHI-Linien und LAUE-Reflexe. Die mechanisch zerstörte Oberflächenschicht kann daher nur außerordentlich dünn sein. Um sicher zu gehen, wurde jedoch bei den Präparaten für die vorliegende Gitterkonstantenmessung der Schleifprozeß bei einer Schichtdicke von  $3-4 \mu\text{m}$  abgebrochen und die Schicht weiterhin durch wiederholtes anodisches Oxydieren in  $\text{HNO}_3$  und Ablösen des Oxydes in Flußsäure schrittweise auf die erforderliche Enddicke von einigen  $1000 \text{ \AA}$  abgetragen. Dabei bleibt das mechanisch erzeugte Oberflächenprofil mit einer Oberflächenrauhigkeit von unter  $100 \text{ \AA}$  voll erhalten. Alle hergestellten (zwölf) Präparate weisen ausnahmslos, und zwar ohne Nachbehandlung durch Temperi, extrem scharfe KIKUCHI-Linien auf<sup>3</sup>. Für die

<sup>10</sup> H. PEISL, Z. Angew. Phys. 14, 529 [1962].

vorliegende Messung wurden daher fünf Präparate willkürlich ausgewählt.

**P r ä p a r a t e r wär m u n g u n d E i n f l ü s s d e s V a k u u m s.** Für die Abschätzung der Präparaterwärmung im Elektronenstrahl wurde eine Messung an Aluminium zugrunde gelegt<sup>11</sup>. Dort ergab ein Strahlstrom von  $6 \cdot 10^{-3} \text{ A/cm}^2$  am Ort der  $250 \text{ \AA}$  dicken Aluminiumfolie eine Präparaterwärmung von  $16^\circ\text{C}$ . Im vorliegenden Fall betrug der Strahlstrom jedoch höchstens  $1 \cdot 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ . Da die Werte für die Wärmeleitfähigkeit, für die mittlere freie Weglänge der unelastischen Streuung und für die Lage des charakteristischen Energieverlustes für Aluminium und Silicium vergleichbar sind, ergibt sich, daß die Präparaterwärmung zu vernachlässigen ist. Ferner kann die Ausdehnung der Präparate im Vakuum wegen der geringen Größe der Kompressibilität  $\approx$  vernachlässigt werden (ebenso wie die Ausdehnung der Photoplatte und des Distanzstücks).

### 8. Ergebnis der Absolutmessung an Silicium

Es wurden insgesamt 18 Einzelmessungen an fünf verschiedenen Präparaten in einem Schichtdickenbereich von  $1100 \text{ \AA}$  bis  $4700 \text{ \AA}$  ausgeführt. Der durchstrahlte Bereich hatte einen Durchmesser von  $30 \mu\text{m}$ . Die Schichtdickenvariation in diesem Bereich auf Grund des Konkavlinsenprofils betrug etwa  $\pm 170 \text{ \AA}$ .

Abb. 6 zeigt das Ergebnis der Einzelmessungen, aufgetragen über der zugehörigen Schichtdicke. Die Fehlerbalken bezeichnen den in Abschnitt 6 ermittelten Gesamtfehler der Einzelmessung. Im Rahmen dieses Fehlers ist keine Schichtdickenabhängigkeit zu erkennen. Daher ist es sinnvoll, den Mittelwert zu bilden. Er ist als durchgehende horizontale Linie eingezzeichnet. Die gestrichelten Linien geben den zugehörigen Gesamtfehler an.

Aus der Streuung der Meßwerte um den Mittelwert ergibt sich als mittlerer Fehler der Einzelmessung der Wert  $\Delta a/a = \pm 2,8 \cdot 10^{-5}$ . Er liegt innerhalb des Fehlers, der sich in Abschnitt 6 aus der zufälligen Unsicherheit der Meßgrößen  $L_0$ ,  $R_i$ ,  $\lambda$  ergab. Daraus kann geschlossen werden, daß das Meßverfahren keine unberücksichtigten zufälligen Fehler enthält.

**E i n f l ü s s d e r N e t z e b e n e n - I n d i z e s.** Die Meßwerte aus Abb. 6 wurden nach dem beschriebenen Ausgleichsverfahren jeweils aus allen fünf Reflexabständen des Sechsstrahldiagramms bestimmt. Es genügen jedoch auch vier oder nur drei Reflexabstände für die Gitterkonstantenberechnung. Um den Einfluß der Netzebenen-Indizes zu untersuchen, wurde aus jedem Interferenzdiagramm erneut die Gitterkonstante berechnet, und zwar auf alle Weisen, auf die vier oder nur drei Reflexabstände ausgewählt werden können. Im Rahmen des dann etwas vergrößerten Fehlers stimmen die Mittelwerte über alle Interferenzaufnahmen für alle Auswahlmöglichkeiten miteinander und mit dem Mittelwert aus Abb. 6 überein. Daraus kann geschlossen werden, daß die Präparate keine Anomalien zeigen, wie sie an Thallium-Chlorid beobachtet wurden<sup>2</sup>.

Für einen unmittelbaren quantitativen Vergleich kann aber auch zu jedem Reflexabstand einzeln eine Gitterkonstante angegeben werden. In Abschnitt 6 wurde gezeigt, daß sich bei der Ausgleichsrechnung neben der Gitterkonstante jeweils auch die Winkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$  ergeben, die die Inzidenz des Primärstrahls auf der Photoplatte beschreiben. Diese Winkel stimmen nun für alle Interferenzaufnahmen miteinander überein. Die zu Beginn der Untersuchun-

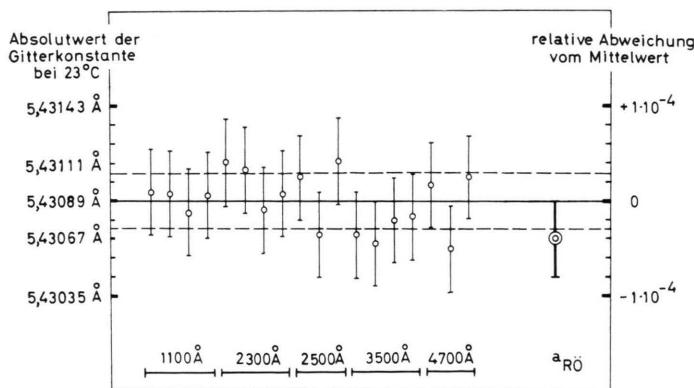


Abb. 6. Ergebnis der Absolutmessung der Gitterkonstante mit Elektroneninterferenzen an einkristallinen Silicium-Schichten. Im Bild sind 18 Einzelmessungen aufgetragen, geordnet nach den verwendeten Schichtdicken. Die Fehlerbalken bezeichnen jeweils den Gesamtfehler. Die horizontale ausgezogene Linie bezeichnet den Mittelwert aus den Einzelmessungen, die unterbrochen gezeichneten geben den zugehörigen Gesamtfehler an. Rechts im Bild ist der Wert  $a_{\text{RÖ}}$  der RÖNTGEN-Gitterkonstante (SMAKULA und KALNAJS) mit dem zugehörigen Gesamtfehler eingetragen.

<sup>11</sup> M. HORSTMANN u. G. MEYER, Phys. kondens. Materie 1, 208 [1963].

gen vorgenommene Justierung der Photoplattenebene zum Elektronenstrahl ist also unverändert erhalten geblieben. Die Abweichung von der senkrechten Inzidenz ist jetzt bekannt (und liegt, wie es sein muß, innerhalb der Winkelunsicherheit  $\varepsilon = 3 \cdot 10^{-3}$  rad, die nach der Justierung verblieben war). Daher können jetzt nachträglich alle gemessenen Reflexabstände einzeln korrigiert werden, und es kann zu jedem Reflexabstand eine Gitterkonstante  $a_{hkl}$  angegeben werden. Die Werte  $a_{hkl}$  stimmen innerhalb des sehr geringen Fehlers von  $\Delta a/a = \pm 1 \cdot 10^{-5}$  mit dem in Abb. 6 eingetragenen Mittelwert überein. Dieser Wert kann daher als Gitterkonstante von Silicium bei  $23^\circ\text{C}$  angesehen werden. Er beträgt

$$a_{\text{Si}}(23^\circ\text{C}) = 5,430\,89 \pm 0,000\,16 \text{ \AA}.$$

Vergleich mit dem RÖNTGEN-Wert. Interessant ist schließlich ein Vergleich des vorliegenden Wertes für die Silicium-Gitterkonstante mit dem Wert, der mit RÖNTGEN-Interferenzen am kompakten Material gemessen wurde. Rechts in Abb. 6 ist der von SMAKULA und KALNAJS<sup>12</sup> an Silicium gemessene RÖNTGEN-Wert  $a_{\text{Rö}}$  zusammen mit dem zugehörigen Gesamtfehler von  $\Delta a/a = \pm 4 \cdot 10^{-5}$  eingetragen (der Wert wurde mit einem Temperaturkoeffizienten von

$4,15 \cdot 10^{-6}/^\circ\text{C}$  auf  $23^\circ\text{C}$  umgerechnet). Dieser RÖNTGEN-Wert liegt um  $4 \cdot 10^{-5}$  seines Wertes unter dem Ergebnis der vorliegenden Messung, jedoch ist die Abweichung mit den Fehlern verträglich.

Der eingetragenen RÖNTGEN-Gitterkonstante liegt der Wert von  $1,540\,51 \pm 0,000\,06 \text{ \AA}$  für die benutzte  $\text{CuK}\alpha_1$ -Linie zugrunde. Dieser Wert ist z. Zt. etwas unsicher, da sich Diskrepanzen bei der Bestimmung des Konversionsfaktors  $\Lambda$  zwischen X-Einheiten und Ångström-Einheiten ergeben haben. 1965 haben COHEN und DU MOND<sup>7</sup> auf der Grundlage neuer RÖNTGEN-Wellenlängentabellen aus einer Analyse vorliegender Präzisionsmessungen den Wert  $\Lambda = 1,002\,080 \pm 0,000\,006$  gewonnen, jedoch noch nicht empfohlen. Würde dieser Wert zugrunde gelegt werden, so müßte die RÖNTGEN-Gitterkonstante um  $\pm 3,7 \cdot 10^{-5}$  ihres Wertes angehoben werden. In diesem Falle wäre eine volle Übereinstimmung mit der vorliegenden Messung gegeben.

Diese Arbeit wurde im Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg ausgeführt. Dem Leiter des Institutes, Herrn Prof. Dr. H. RAETHER, danke ich für die Anregung und Förderung der Arbeit, sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung der Mittel. Herrn Dr. W. WITT danke ich für viele fruchtbare Diskussionen und Frl. U. STRATMANN für die sorgfältige Auswertung zahlreicher Interferenzdiagramme.

<sup>12</sup> A. SMAKULA u. J. KALNAJS, Phys. Rev. **99**, 1737 [1955].