

Zur Berechnung optischer Konstanten von KBr aus Energieverlustmessungen

P. KEIL

Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg
(Z. Naturforsch. **23 a**, 336—337 [1968]; eingegangen am 5. Januar 1968)

From electron energy loss measurements optical constants may be computed in a wide energy range by means of a Kramers–Kronig-transform. As demonstrated by the example of KBr, the absorption coefficient calculated in this way agrees well with the structure of optical absorption spectra up to 21 eV.

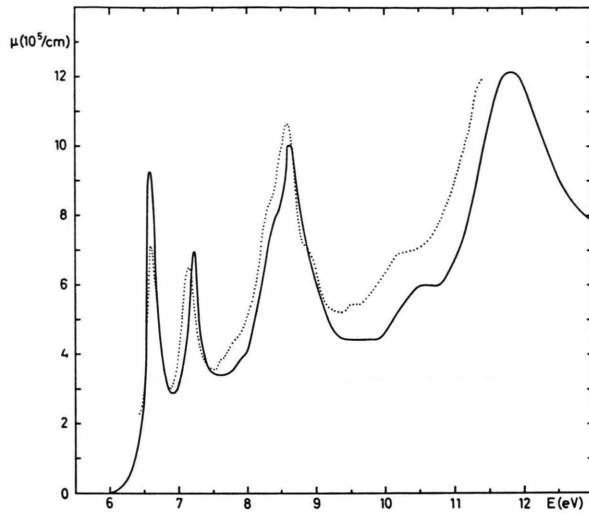
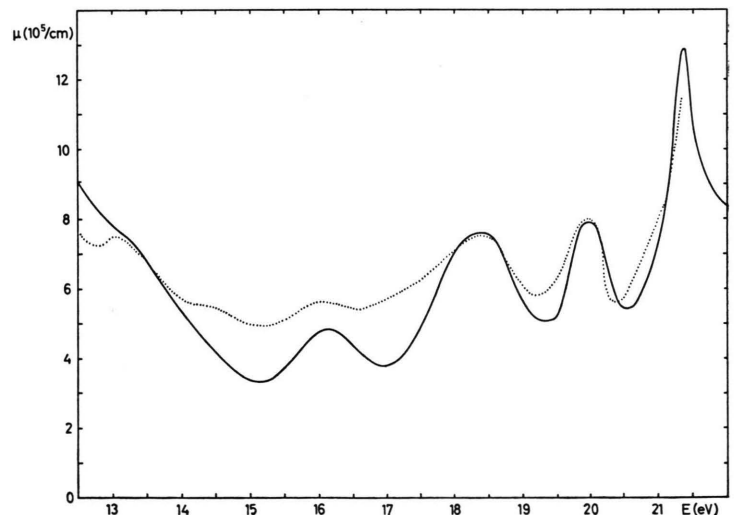


Abb. 1. Aus Energieverlusten an 50 keV-Elektronen berechneter Absorptionskoeffizient und (punktiert, in willkürlichen Einheiten) optisch gemessenes Absorptionsspektrum von EBY, TEEGARDEN und DUTTON.

Abb. 2. Aus Energieverlustmessungen an 50 keV-Elektronen berechneter Absorptionskoeffizient und (punktiert, in willkürlichen Einheiten) optisch gemessenes Absorptionsspektrum von METZGER und DUCKETT.



¹ H. R. PHILIPP u. H. EHRENREICH, Phys. Rev. **131**, 2016 [1963].

² D. M. ROESSLER, Brit. J. Appl. Phys. **17**, 1313 [1966].

³ H. FRÖHLICH u. H. PELZER, Proc. Phys. Soc. London A **68**, 525 [1955].

Aus optischen Reflexionsmessungen werden mit Hilfe der Kramers–Kronig-Transformation optische Konstanten berechnet, z. B. ^{1,2}. Ein wesentliches Problem stellt dabei die oft mangelhafte Kenntnis der Reflexion für höhere Energien, also etwa oberhalb 15 bis 20 eV, dar.

Energieverlustmessungen an mittelschnellen Elektronen, die sich in diesem Energiebereich ohne Schwierigkeiten durchführen lassen, werden im wesentlichen durch die Energieverlustfunktion $-\text{Im } 1/\epsilon(E)$ beschrieben ^{3,4}. Es sollte daher möglich sein, auch aus Energieverlustmessungen mit Hilfe einer Kramers–Kronig-Transformation optische Konstanten zu berechnen, und zwar für einen größeren Energiebereich.

Nach PINES ⁵ erfüllt die Größe $1/\epsilon - 1$ mit komplexem $\epsilon(E)$ die für eine Anwendung der Kramers–Kronig-Transformation notwendigen Voraussetzungen. Nutzt man die Antisymmetrie von $\text{Im}(1/\epsilon)(E)$ aus, so erhält man

$$1 - \text{Re}(1/\epsilon)(E) = \frac{2}{\pi} \int_0^\infty -\text{Im}(1/\epsilon)(E') \frac{E'}{E'^2 - E^2} dE'. \quad (1)$$

$\text{Im}(1/\epsilon)$ und $\text{Re}(1/\epsilon)$ sind also nicht zueinander proportional, d. h. die bloße Kenntnis des Verlaufes der Energieverlustfunktion reicht nicht aus, die optischen Konstanten zu erhalten. Der Absolutwert wird durch die Schichtdicke der untersuchten Substanz festgelegt.

Ist die Schichtdickenmessung aus präparativen Gründen nicht möglich, so gelingt bei Nichtleitern die Berechnung optischer Konstanten dennoch, wenn die sog. optische Dielektrizitätskonstante ϵ_∞ bekannt ist. In guter Näherung gilt nämlich

$$\text{Re}(1/\epsilon)(\delta) = 1/\epsilon_\infty = 1 - \frac{2}{\pi} \int_0^\infty -\text{Im}(1/\epsilon)(E') \frac{dE'}{E'},$$

⁴ M. CREUZBURG, Z. Phys. **196**, 433 [1966].

⁵ D. PINES, Elementary Excitations in Solids, Benjamin, New York, Amsterdam 1963.



wobei die Integration nur über den UV-Anteil erstreckt wird, wie er sich aus dem Energieverlustspektrum ergibt. Die Vernachlässigung des Infrarot-Anteils macht einen Fehler von wenigen Promille aus. δ bezeichnet eine Energie, die klein ist gegenüber allen Energien, bei denen der UV-Beitrag von Null verschieden ist, jedoch groß gegen die Energie des Reststrahloszillators. Das Verfahren läßt sich sinngemäß auf optische Absorptionsspektren übertragen.

Zur Berechnung des Integrals wurde die Energieverlustfunktion unterhalb 5.9 eV gleich Null gesetzt; oberhalb 38 eV wurde ein auch experimentell bestätigter Abfall mit $1/E^3$ angenommen und die Integration geschlossen ausgeführt. Bei KBr ist $\epsilon_\infty = 2.33$. Nach der Normierung wurde gemäß (1) aus $\text{Im}(1/\epsilon)(E)$ zunächst $\text{Re}(1/\epsilon)(E)$ berechnet. Aus beiden erhält man dann die optischen Konstanten. Bis 15 eV stimmen sie mit Daten, die von ROESSLER⁶ aus optischen Reflexionsmessungen berechnet wurden, gut überein. Bei höheren Energien treten jedoch beträchtliche Abweichungen auf. Das gleiche Verhalten wurde auch beim Vergleich optisch^{1, 6} und mit Elektronen bestimmter $\text{Im } 1/\epsilon$ -Werte⁴ gefunden.

Zur Untersuchung dieser Abweichungen wurde aus unseren Daten der optische Absorptionskoeffizient $\mu(E)$ berechnet und mit Originalmessungen verglichen. Quantitativ läßt sich der Vergleich jedoch nicht führen, da optische Messungen nur die Größe μD mit meist unbekannter Schichtdicke D ergeben. Die Gegenüberstellung des von uns aus Energieverlustmessungen an Elektronen berechneten Absorptionskoeffizienten und des von EBY, TEEGARDEN und DUTTON⁷ gemessenen Absorptionsspektrums in Abb. 1 bestätigt die erwähnte Übereinstimmung bei niedrigen Energien. Wie Abb. 2 zeigt, besteht eine ähnlich gute Übereinstimmung unserer Werte mit Messungen von METZGER und DUCKETT⁸ auch oberhalb 15 eV. Die Ursachen für die oben genannten Unterschiede sind demnach in den Meßwerten^{1, 6} zu suchen.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, daß das Energieverlustspektrum von Elektronen auch in diesem Energiebereich durch die Funktion $-\text{Im}(1/\epsilon)$ beschrieben werden kann und daß zur Berechnung optischer Konstanten auch Energieverlustmessungen herangezogen werden können.

Herrn Professor Dr. H. RAETHER danke ich herzlich für seine Anregung und Förderung dieser Arbeit.

⁶ D. M. ROESSLER, unveröffentlicht.

⁷ J. E. EBY, K. J. TEEGARDEN u. D. B. DUTTON, Phys. Rev. **116**, 1099 [1959].

⁸ P. H. METZGER u. S. W. DUCKETT, Phys. Rev. **137**, A 953 [1965].

Röntgenographische Korngrößenbestimmung an texturbefallenen grobkristallinen Stoffen

HORST EBEL und ALFRED WAGENDRISTEL

Institut für Angewandte Physik der Technischen Hochschule Wien

(Z. Naturforsch. **23 a**, 337—338 [1968]; eingegangen am 22. August 1967)

Zur Korngrößenbestimmung an grobkristallinen Stoffen stehen mehrere Verfahren¹⁻⁶ zur Verfügung. Diese machen von der Interferenzpunkt-zählung auf den Beugungskreisen¹⁻³, der Auswertung der Interferenzpunkt-abmessungen⁴ und der statistischen Schwankung der gebeugten Intensität bei einer Probenbewegung^{5, 6} Gebrauch. Von den genannten Möglichkeiten zur Korngrößenbestimmung sind jedoch nur zwei^{4, 6} auf texturbefallene Proben anwendbar. Während die in⁶ erörterte Berücksichtigung des Textureinflusses auch auf das Verfahren nach⁵ übertragbar ist, steht für die Verfahren¹⁻³ ein quantitatives Korrekturverfahren aus. Die folgenden Ausführungen behandeln daher den Einfluß einer Vorzugsorientierung auf die nach den Interferenzpunkt-zählverfahren bestimmten Korngrößenwerte.

Die bei senkrechter Inzidenz des Primärstrahles auf die Probenoberfläche am Debye-Scherrer-Kreis zu beobachtende Interferenzpunktzahl z beträgt

$$z = p \cdot V / \bar{v};$$

p Wahrscheinlichkeit beugungsgünstiger Kristallitlagen,
 V vom einfallenden Strahl erfaßtes Probenvolumen,
 \bar{v} mittleres Kristallitvolumen.
 Von diesem Grundgedanken ausgehend, ergibt sich die Korngröße G (nach¹)

$$G = \sqrt[3]{\frac{p a^2 \pi \ln t_2/t_1}{4 Y \bar{\mu}}}; \quad \bar{\mu} = \mu \cdot \left(1 + \frac{1}{|\cos 2 \Theta|}\right);$$

t_2/t_1 Verhältnis der Belichtungszeiten der für dieses Verfahren erforderlichen beiden Aufnahmen,
 a Kollimatordurchmesser,
 Y Differenz der Interferenzpunktzahlen desselben Beugungskreises auf den beiden Aufnahmen,
 μ linearer Absorptionskoeffizient der verwendeten charakteristischen Strahlung im Probenmaterial.
 Das Verfahren in² führte zu einer Korngröße G

$$G = \sqrt[3]{\frac{p a^2 \pi \ln 2}{4 Z \bar{\mu}}}.$$

¹ R. A. STEPHEN u. R. J. BARNES, J. Inst. Metals **60**, 593 [1937].

² A. WAGENDRISTEL, H. EBEL u. K. BARTSCH, Z. Naturforsch. (im Druck).

³ H. EBEL, Z. Met. **56**, 560 [1965].

⁴ G. L. CLARK, Applied X-Rays, 4. Aufl. (1955), McGraw-Hill, New York, S. 682—686.

⁵ B. E. WARREN, J. Appl. Phys. **31**, 2237 [1960].

⁶ A. WAGENDRISTEL, H. EBEL u. F. LIHL, Z. Angew. Phys. **23**, 30 [1967].