

Plasmaverluste berechnen. Der theoretische Absolutbetrag ist jedoch unsicher. Wir erhielten aus der Steigung der Geraden in Abb. 3 und dem Wert x_a aus Kontrastmessungen $\nu = 3$. Normiert man den Absolutbetrag bei 100 kV auf 3, so zeigt Abb. 7 b den zu erwartenden Verlauf von ν nach diesen beiden theoretischen Ansätzen.

Die Nullstrahlschwächung A/A_0 (Abb. 7 b) einer D_λ -Schicht berechnet sich mit (1) und (2) zu

$$A/A_0 = \exp \left\{ - \frac{D_\lambda \varrho (\nu + 1)}{2 x_a} \right\}. \quad (7)$$

Danach steigt A/A_0 zu höheren Spannungen nur geringfügig an und erreicht einen Höchstwert von 63%.

¹³ C. JÖNSSON, H. HOFFMANN u. G. MÖLLENSTEDT, Phys. Kond. Materie **3**, 193 [1965].

¹⁴ M. KELLER, Z. Physik **164**, 274 [1961].

Eignung von Beryllium als Material für Phasenplatten

Es erhebt sich noch die Frage nach der Eignung von Be ($Z = 4$) als festes Element mit dem geringsten Streuvermögen, abgesehen von der schwierigeren Präparation von Phasenplatten variabler Dicke. Nach LENZ¹¹ kann man die Beziehung $x_a \sim Z^{-1/2}$ und $\nu \sim Z^{-0.9}$ ausnutzen. Die inneren Potentiale von Be¹³ und C¹⁴ stimmen überein. Für die Dichten liegen die Werte $\varrho_C = 2 \text{ g cm}^{-3}$ und $\varrho_{Be} = 1,85 \text{ g cm}^{-3}$ vor. Aus Gl. (7) erhält man dann für die Amplitudenschwächung einer D_λ -Schicht bei $U = 100 \text{ kV}$ $(A/A_0)_{Be} = 56\%$ gegenüber $(A/A_0)_C = 47\%$. Es ergibt sich also keine nennenswerte Verbesserung bei der Verwendung von Be gegenüber C.

Dem Rechenzentrum der Universität Münster danken wir für die Bereitstellung der Rechenzeit.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen an Tellur

H. GOTTSCHALK, K. KLEINHENZ und E. WAGNER

II. Physikalisches Institut der Universität Köln

(Z. Naturforsch. **25 a**, 765—768 [1970]; eingegangen am 4. Februar 1970)

In this paper a combined etching and electropolishing method to prepare thin Tellurium foils for transmission electron microscopy is described. This technique may be applied to massive samples and is suitable for the preparation of thin foils at arbitrary points of deformed material. Specimens from deformed Tellurium single crystals were prepared in this way and examined in the electron microscope. Dislocations and grain boundaries were observed in these specimens.

1. Einführung

Versetzungen und Korngrenzen in Tellur-Einkristallen wurden bisher durch Ätzmethode^{1, 2} und in der Durchstrahlung mit dem Elektronenmikroskop an Aufdampfschichten³ und an Tellurflittern^{4, 5} untersucht. Will man Aufschluß über die Gitterstörungen in einem Kristall erhalten, ist es günstig, von massiven Proben auszugehen und die äußeren Schichten abzutragen, bis die Proben für Elektronen durchstrahlbar sind. In dieser Arbeit wird ein kombiniertes Ätz- und Elektropolierverfahren zur Präparation dünner Tellur-Folien angegeben, das diese Forderung erfüllt. Das Verfahren ist auch bei plastisch

deformierten Proben anwendbar und ermöglicht die Herstellung von Präparaten aus beliebigen Bereichen solcher Proben. Es wurde auch mit Erfolg versucht, Folien herzustellen, bei denen die Foliennormale der kristallographischen c -Achse parallel ist. Ferner wurden Tellurproben verschiedener Orientierungen plastisch deformiert und die entstandenen Defekte im Elektronenmikroskop beobachtet.

2. Probenpräparation

Aus einem nach dem Czochralski-Verfahren gezogenen Einkristall reinen Tellurs werden drei Arten von Proben der Größenordnung $15 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ mit einer Säuresäge herausgeschnitten. Bei der ersten Art (Typ

Sonderdruckanforderungen an ECKHARD WAGNER, II. Physikalisches Institut der Universität Köln, D-5000 Köln, Universitätsstraße 14.

¹ L. C. LOVELL, J. H. WERNICK u. K. E. BENSON, Acta Met. **6**, 716 [1958].

² J. S. BLAKEMORE, J. W. SCHULTZ u. K. C. NOMURA, J. Appl. Phys. **31**, 2226 [1960].

³ E. M. HÖRL u. J. WEISS, J. Appl. Phys. **38**, 5132 [1967].

⁴ P. KLEIN u. K. KLEINHENZ, Z. Naturforsch. **23 a**, 530 [1968].

⁵ J. C. DOUKHAN, N. DOUKHAN, G. SAADA u. B. THOMAS, Phys. Stat. Sol. **35**, 835 [1969].



A) ist die Grundfläche parallel zur $\{10\bar{1}0\}$ -Prismenfläche orientiert, bei der zweiten Art (Typ B) parallel zur $\{11\bar{2}0\}$ -Fläche und bei der dritten Art (Typ C) liegt sie senkrecht zur c -Achse des Kristalls (Abb. 1).

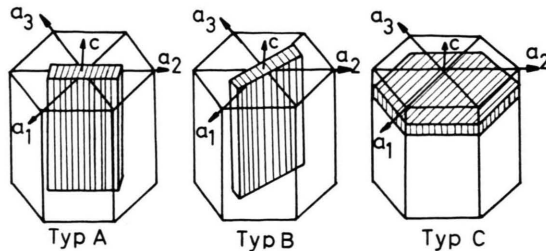


Abb. 1. Orientierung der verschiedenen Proben.

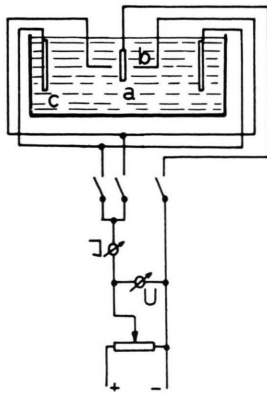


Abb. 2. Schaltplan der Elektrolysekammer.

Die Ränder dieser Proben werden mit einem Lack (Collodiumwolle, gelöst in Amylacetat) abgedeckt, damit sie bei der nachfolgenden Ätzung und der Elektrolyse nicht angegriffen werden. Es bleibt so ein stabiler Rahmen für die dünnen Bereiche der Probe.

Zunächst wird von der Probe in einem Ätzbad, das aus einer Mischung von 50 g CrO_3 , 67 g HCl (konz.) und 133 g dest. Wasser² besteht, so viel abgetragen, daß ein erstes Loch in der Probe auftritt. Anschließend wird die Probe in eine Elektrolysekammer gebracht, deren schematischen Aufbau Abb. 2 zeigt. Die Tellurprobe (a) bildet die Kathode, die Anode wird beidseitig durch Platinelektroden (b, c) gebildet^{6, 7}. Als Elektrolyt hat sich eine Mischung des oben erwähnten Ätzmittels mit 1/10-n. Schwefelsäure im Verhältnis 1 : 20 bewährt. Die Spannung zwischen den Elektroden wird auf 1,3 Volt eingestellt.

Dann wird mit Hilfe der Spitzenelektroden (b), die sich in einem Abstand von 1 mm von der Probe befinden, unterhalb des ersten Loches ein zweites erzeugt. Anschließend werden die Spitzenelektroden entfernt, und der weitere Abtragungsvorgang wird von den Plat-

tenelektroden (c) übernommen, die sich in einem Abstand von 3 cm von der Tellurelektrode befinden, bis der Steg zwischen den beiden Löchern für die Durchstrahlung mit 100 kV-Elektronen hinreichend dünn ist.

Es zeigte sich, daß unverformte Proben relativ wenig Versetzungen enthielten. Um eine höhere Versetzungsdichte in den Kristallen zu erhalten, wurden die Tellurproben vor der Abtragung bei 440 °C in einer Stickstoffatmosphäre parallel zur c -Achse verbogen. Eine mechanische Verbiegung der Proben des Typs C um eine Achse senkrecht zur c -Achse des Kristalles erwies sich als nicht durchführbar, weil die Proben während der Deformation in kleinste Teile zerfielen.

3. Ergebnisse

a) Senkrecht zur c -Achse orientierte Proben

Schon in früheren Arbeiten^{3, 4} wurde über Versuche berichtet, bei denen die Foliennormalen senkrecht zur c -Achse des Kristalls stehen. Dieses hier entwickelte Verfahren erlaubt auch, Proben zu präparieren, bei denen die Foliennormalen parallel zur c -Achse liegen. Ist außerdem die Einstrahlrichtung parallel zur c -Achse orientiert, so liefern diese Proben ein hexagonales Beugungsbild (Abb. 3), was man durch Konstruktion des reziproken Gitters⁸ bestätigt findet (Abb. 4). In Abb. 5 ist die zugehörige Durchstrahlungsaufnahme zu sehen, auf der Linien gleicher Orientierung zu beobachten sind.

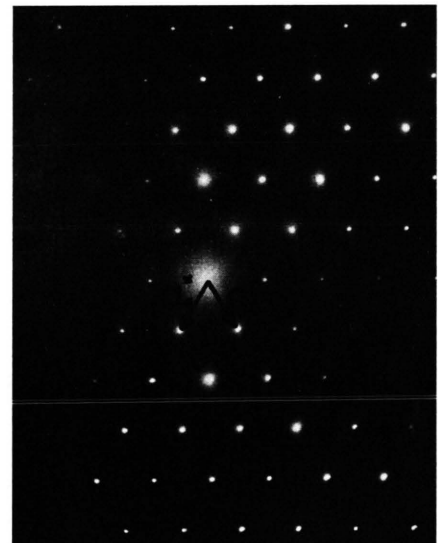


Abb. 3. Hexagonales Beugungsbild bei einer Einstrahlung parallel zur c -Achse.

⁶ W. BOLLMANN, Phys. Rev. **103**, 1588 [1956].

⁷ P. M. KELLY u. J. NUTTING, J. Inst. Met. **87**, 385 [1958/9].

⁸ P. R. OKAMOTO u. G. THOMAS, Phys. Stat. Sol. **25**, 81 [1968].

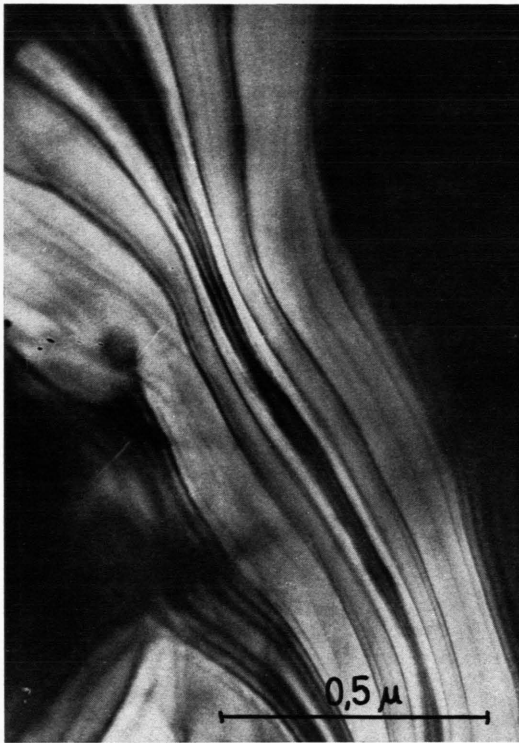


Abb. 5. Durchstrahlungsaufnahme zu Abb. 3.

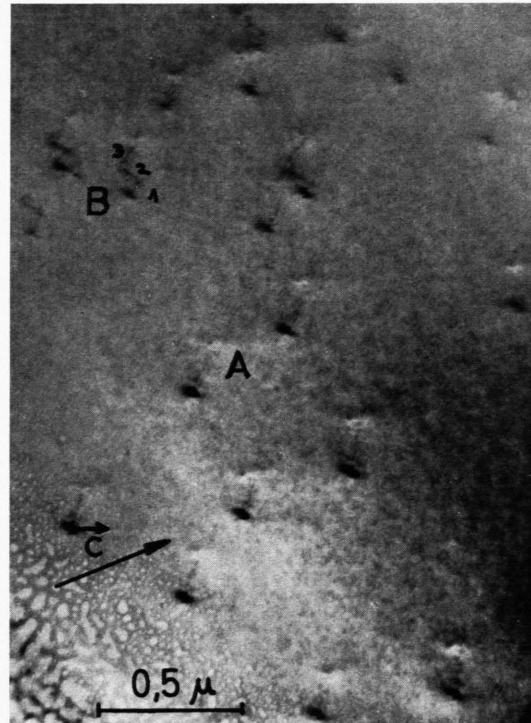


Abb. 6. Versetzungen in deformierter Probe.

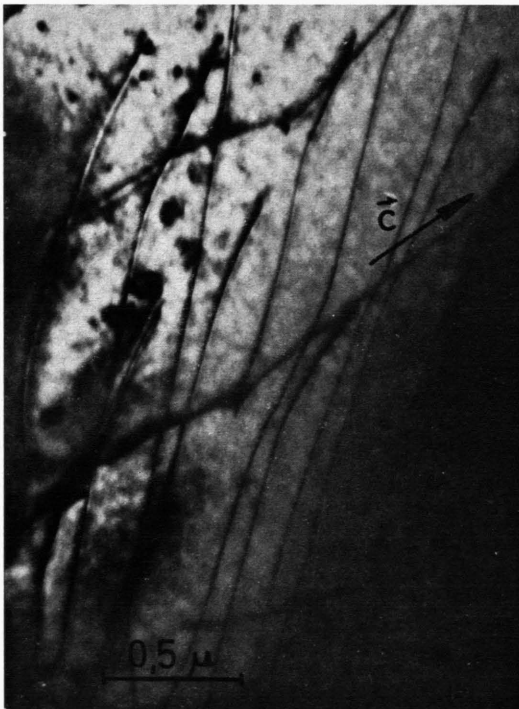


Abb. 7. Versetzungen in deformierter Probe.

Abb. 9. Korngrenze in deformierter Probe.

→

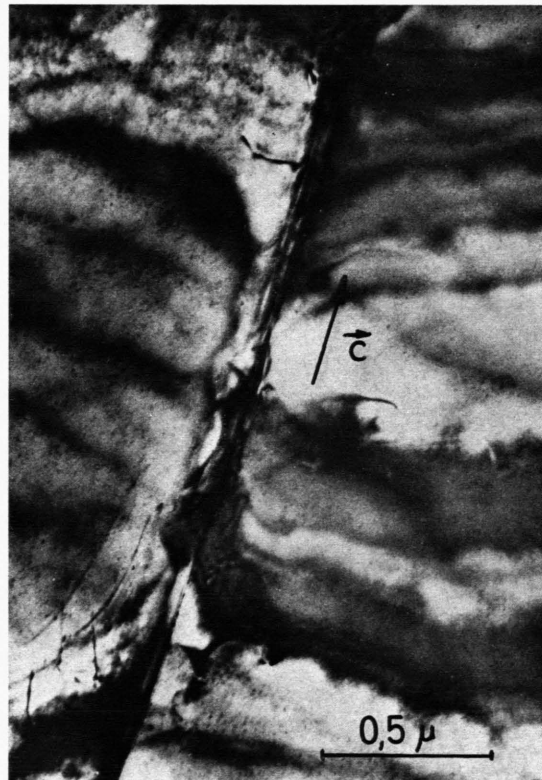




Abb. 8 a. Versetzungen.

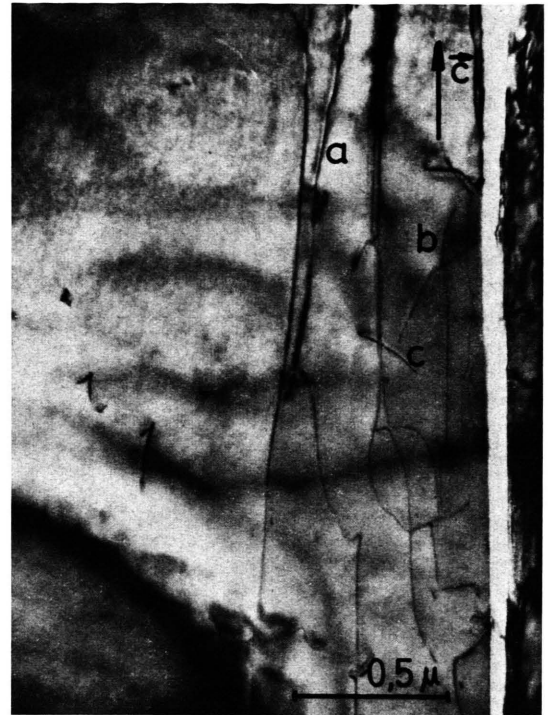


Abb. 8 b. Ausheilung von Versetzungen.

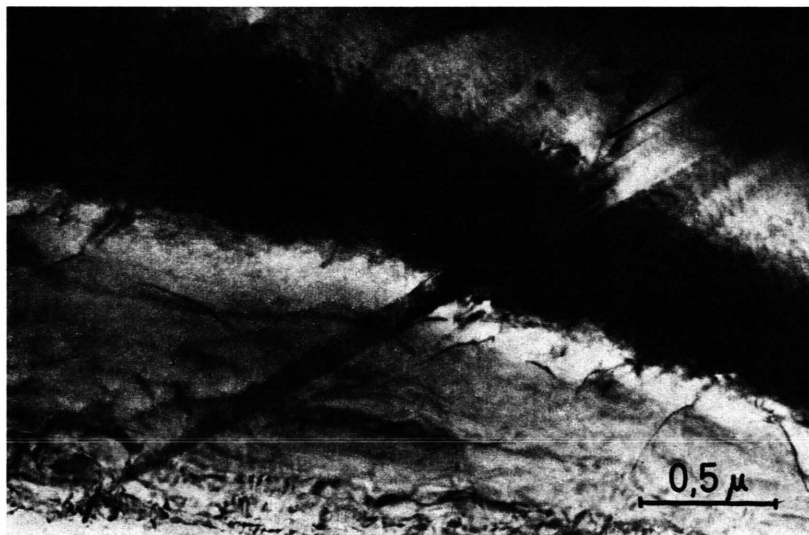


Abb. 10. Korngrenze in Tellur.

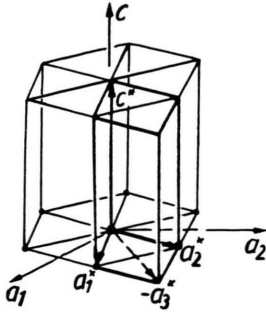


Abb. 4. Konstruktion des reziproken Gitters.

b) Versetzungen in deformierten Proben

Abb. 6 zeigt Versetzungen in einer vom Typ A verbogenen Probe. Aus dem Kontrastverhalten kann man schließen, daß die Versetzungen an der Ober- und Unterseite der Probe verankert sind. An den Durchstoßungspunkten durch die Oberfläche ist das Gitter durch Relaxation verzerrt. Befinden sich die Versetzungen in einer (01 $\bar{1}$ 0)- oder (1 $\bar{1}$ 00)-Prismenfläche, die als Gleitflächen auftreten⁹, so ist bei A die Richtung der Versetzung $\mathbf{a} + \frac{1}{3}\mathbf{c}$. Daraus läßt sich die Probendicke zu $0,2\ \mu$ berechnen. Die Versetzungen bei B setzen sich aus drei Teilstücken zusammen, wobei die Teilstücke 1 und 3 in gleicher Weise wie bei der Versetzung A an der Oberseite bzw. an der Unterseite verankert sind. Addiert man die Längen der Versetzungsschatten 1 und 3, so erhält man die gleiche Länge wie bei den Versetzungen A. Das Teilstück 2 muß demnach in einer Ebene parallel zur Oberfläche liegen, also in der (10 $\bar{1}$ 0)-Ebene.

In Abb. 7 handelt es sich wieder um eine deformierte Probe vom Typ A. Aus der Länge der Versetzungen kann man schließen, daß sie parallel zur Oberfläche liegen, also in einer (10 $\bar{1}$ 0)-Ebene.

Eine vom Typ B verformte Probe lieferten die Abb. 8 a und 8 b. Nach der ersten Aufnahme (Abb. 8 a) wurde die Probe durch den Elektronenstrahl stark erwärmt, und man konnte beobachten (Abb. 8 b), daß sich einige Versetzungen bewegten, während andere fest verankert waren (c). Einige Versetzungen wanderten an die Oberfläche und lösten sich auf (a), andere veränderten ihre Lage (b). Die langen Versetzungen, die parallel zur c-Achse liegen,

werden als Versetzungen mit einem Burgers-Vektor $\mathbf{a} = \frac{1}{3}[11\bar{2}0]$ interpretiert.

c) Kleinwinkelkorngrenze

Abb. 10 zeigt eine parallel zur c-Achse verlaufende Korngrenze in einer vom Typ B verbogenen Probe. Da die Korngrenze senkrecht zur c-Achse eine geringe Ausdehnung hat, kann man annehmen, daß sie in der (1 $\bar{1}$ 00)-Ebene liegt. Man beobachtet, daß die Extinktionskonturen an der Korngrenze enden. Feinbereichsbeugungsaufnahmen in den beiden rechts und links von der Korngrenze befindlichen Kristalliten bestätigen, daß diese Kristallite um einen kleinen Winkel um die c-Achse gegeneinander gekippt sind.

d) Korngrenze

Oft können Korngrenzen beobachtet werden wie in der Abb. 10, wobei diese Korngrenzen stets parallel zur c-Achse des Kristalles verlaufen. Hier handelt es sich wieder um eine Probe des Typs A. Dieser Fehler liegt in einer Ebene, schräg zur Kristalloberfläche, also in einer (1 $\bar{1}$ 00)- oder 01 $\bar{1}$ 0)-Ebene. Dies bewirkt mit zunehmender Dicke des Kristalles ein keilförmiges Auseinanderlaufen des Fehlers. Die Korngrenze wird von einem Band anomaler Transmission¹⁰ (zugehörig zu 0003- und 000 $\bar{3}$ -Reflexen) gekreuzt, und man beobachtet, daß diese Konturen an dem Fehler keinen Sprung erleiden wie bei der Korngrenze in der Abb. 10. Es handelt sich also nicht um eine Korngrenze, bei der die Kristallite gegeneinander geneigt sind. Kippt man die Probe, so wandern die Schlieren der anomalen Transmission über den ganzen Kristall, man kann auf diese Weise auch dickere Bereiche bequem durchmustern. Dabei beobachtet man, daß sich dieser Fehler durch den gesamten Kristall parallel zur c-Achse hindurchzieht. Es treffen hier wohl zwei Kristallite aufeinander, die um $\frac{1}{3}\mathbf{c}$ oder $\frac{2}{3}\mathbf{c}$ längs der c-Achse gegeneinander verschoben sind, was schon von DI PERSIO et al.¹¹ diskutiert wurde. Ein solcher Fehler wird nicht durch eine Deformation erzeugt, er wird schon beim Wachsen des Kristalles auftreten.

⁹ R. J. STOKES, T. L. JOHNSTON u. C. H. LI, Acta Met. **9**, 415 [1961].

¹⁰ H. HASHIMOTO, A. HOWIE u. M. J. WHELAN, Phil. Mag. **5**, 967 [1960].

¹¹ J. DI PERSIO, J. C. DOUKHAN u. G. SAADA, J. Physique **28**, 661 [1967].

4. Zusammenfassung

Um aus massiven Tellurproben Präparate für die Elektronenmikroskopie herzustellen, erschien es notwendig, ein neues Präparationsverfahren zu entwickeln. Nachdem die präparativen Schwierigkeiten gelöst waren, konnte man leicht aus den stark gekrümmten Bereichen deformierter Kristalle Proben mit hoher Versetzungsdichte entnehmen. Zahlreiche Versetzungen und Korngrenzen wurden beobachtet

und unter der Voraussetzung gedeutet, daß die Prismenflächen 1. Art in Tellurkristallen als Gleitebenen auftreten.

Herrn Professor Dr. J. JAUMANN danken wir für sein Interesse an diesen Untersuchungen. Ebenso danken wir Herrn Professor Dr. ALEXANDER für viele wertvolle Diskussionen.

Der Stiftung Volkswagenwerk danken wir für die Überlassung des Elektronenmikroskops.

Ein 1-Zoll-Rubin-Riesenimpuls laser mit 50 Hz Impulsfolgefrequenz

H. F. MAHLEIN und G. SCHOLLMEIER

Forschungslaboratorien der Siemens AG, München

(Z. Naturforsch. 25 a, 768—776 [1970]; eingegangen am 31. Januar 1970)

Zum reproduzierbaren und störungsfreien Riesenimpulsdauerbetrieb mit 50 Hz Impulsfolgefrequenz eines 1-Zoll-Rubinlasers, der in einem Rotationsellipsoid exfokal durch eine gepulste Quecksilberdampf-Höchstdrucklampe gepumpt wird, werden verschiedene Resonatorausführungen mit mechanischer Güteschaltung untersucht. Es wird über die Elektronik für den mit 400 Hz rotierenden Güteschalter und die mit den verschiedenen Resonatorausführungen erzielten Ergebnisse berichtet. Die rasche Impulsfolgefrequenz und die in den Resonatoren auftretenden hohen Leistungsdichten im 50 Hz-Riesenimpuls-Dauerbetrieb verursachen eine schnelle Zerstörung der üblichen dielektrischen Spiegelschichten. Die besten Ergebnisse zeigt ein Resonator ohne dielektrische Spiegelschichten, der aus einem Rubin mit angeschliffenem totalreflektierendem Prisma und rotierendem 3-Platten-Resonanzreflektor als Güteschalter besteht. Diese Anordnung ermöglicht reproduzierbaren Einzelimpulsdauerbetrieb mit 50 Hz Impulsfolgefrequenz im durch die Prismendachkante gefalteten Grundmode, falls die Laserleistung pro Riesenimpuls von 20 bis 25 ns Halbwertsbreite 50 bis 60 kW nicht überschreitet.

I. Einleitung

Ein wassergekühlter Rubinlaser, bei dem der 25 mm lange zylindrische Rubinstab durch eine gepulste Quecksilberdampf-Höchstdrucklampe in einem Rotationsellipsoid¹ exfokal gepumpt wird, zeigt im 50-Hz-Pulsbetrieb bei 1 W mittlerer Leistung einen hohen Wirkungsgrad und eine sehr gute Stabilität und Reproduzierbarkeit der Emission². Wegen seiner guten Eigenschaften ist dieser Lasertyp nach einigen Modifizierungen am Resonator und Hinzufügen eines Güteschalters einschließlich zugehöriger Elektronik auch hervorragend zur Erzeugung von reproduzierbaren Riesenimpulsen mit 50 Hz Impulsfolgefrequenz geeignet. Im folgenden wird über den Aufbau der optischen und elektronischen Teile und über die Eigenschaften verschiedener Resonatorausführungen dieses Riesenimpuls lasers berichtet.

Bei einem reproduzierbaren Riesenimpulsdauerbetrieb über einen Zeitraum von mehreren Stunden ist die Haltbarkeit des Resonators das Hauptpro-

blem. Die Lebensdauer der verwendeten Blitzlampe beträgt im 50-Hz-Betrieb je nach Betriebsart 10 bis 20 Stunden und spielt erst in zweiter Linie eine Rolle. Für die Praxis ist zu fordern, daß der Laser außer einem gelegentlichen Auswechseln der Blitzlampe keine weitere Wartung benötigt.

II. Güteschaltung des Resonators

1. Wahl des Güteschalters

Wegen seiner Einfachheit wurde ein rotierender Reflektor als Güteschalter für den Resonator gewählt. Der mit $24\,000\text{ min}^{-1}$ rotierende Reflektor dient dabei gleichzeitig als Auskoppelspiegel für die Laserstrahlung. Versuche zur Güteschaltung mit sättigbaren Absorbern (Lösung von Kryptocyanin in Methanol, Lösung von Chlorgalliumphthalocyanin in Orthodichlorbenzol), die in verschiedenen Konzentrationen und Absorptionslängen untersucht wurden, ergaben im Dauerbetrieb mit 50 Hz Impulsfolgefrequenz eine nicht ausreichende Stabilität und Reproduzierbarkeit der Riesenimpulse. Das Konzept eines rotierenden Reflektors zur Güteschaltung wurde deshalb vorgezogen.

¹ D. Röss, Appl. Opt. 3, 259 [1964].

² D. Röss u. G. ZEIDLER, Z. Naturforsch. 22 a, 1398 [1967].