

## Elektronenmikroskopischer Bildkontrast

1. Dynamische Theorie des elektronenmikroskopischen Bildkontrastes
2. Elektronenmikroskopische Bildkontraste von ein- und zweidimensionalen Kristalldefekten
3. Computersimulation des elektronenmikroskopischen Bildkontrastes von Versetzungen
4. Interpretation und Computersimulation von Elektronenbeugungsdiagrammen

### Sonderdruck

0001

Schneider/Woltersdorf

Strukturen kristalliner Phasengrenzen.

Elektronenmikroskopischer Bildkontrast

## 1. Dynamische Theorie des elektronenmikroskopischen Bildkontrastes

J. Woltersdorf: Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR, Halle/Saale

Die dynamische Theorie als bisher beste Näherung bei der mathematischen Behandlung von Beugungs- und Kontrasterscheinungen ist gewissermaßen die Fortsetzung des von der geometrischen zur kinematischen Theorie führenden Weges.

Die rechnerische Behandlung von Beugungsproblemen ist bereits mit der einfachsten, der elementaren *geometrischen* Theorie möglich, die mit ihrer Vorstellung einer Spiegelung an Netzebenenscharen zu der bekannten Braggschen Gleichung bzw. zu den Laue-Bedingungen führt und Aussagen über die Geometrie des Beugungsbildes erlaubt, d. h. Aussagen über Lage und Form der Reflexe. Aber auch verschiedene Kontrasterscheinungen von Durchstrahlungsaufnahmen, z. B. bestimmte Eigenschaften des Bildes einer Versetzungslinie, lassen sich mit dieser Theorie deuten, wenn man von der Art der Netzebenenverbiegung in der Umgebung einer Versetzung ausgeht. Die geometrische Theorie läßt jedoch keine Aussagen über die Intensitäten der einzelnen Reflexe zu, da sie die Wechselwirkung mit dem Streuer und die Wechselwirkung zwischen den verschiedenen reflektierten Wellen untereinander und mit der Primärwelle vernachlässigt; desgleichen können Umweganregungen nicht berücksichtigt werden.

Die *kinematische* Theorie geht wie die dynamische Theorie von der Schrödinger-Gleichung aus, wobei in beiden Fällen das Kristallpotential, wie es der Sachlage entspricht, als dreifach periodische Fourier-Reihe angesetzt wird. Die kinematische Theorie ist nun die erste Näherung der Lösung dieses Problems. Sie erfaßt nur die Kinematik des Streuvorgangs, ohne auf die Dynamik des wechselseitigen Energieaustauschs zwischen den einzelnen abgelenkten Strahlen einzugehen. Dabei wird die Voraussetzung gemacht, daß die in den Kristall eintretende Welle Streustrahlen erzeugt, deren Amplituden sämtlich klein gegen die der einfallenden Welle sind. Das ist erfüllt bei hinreichend dünnen Kristallen oder auch bei dickeren, wenn die Reflexintensitäten klein bleiben, d. h. wenn die Kristalle weit genug aus der Bragg-Lage herausgekippt sind. In der Rechnung wird nur die einfach gestreute Welle berücksichtigt (sog. Bornsche Näherung), das Kristallpotential wirkt lediglich auf das Primärbündel, nicht auf die gebeugten Strahlen, d. h., im Störungsglied wird die Änderung der Wellenfunktion im Kristall vernachlässigt.

Die kinematische Theorie geht insofern über die elementare geometrische Theorie hinaus, als sie Aussagen über die Intensität der Beugungsreflexe (innerhalb ihres Gültigkeitsbereiches) liefert. Weiterhin ist es mit Hilfe der kinematischen Theorie möglich, die bei der Abbildung von Versetzungen und Planardefekten auftretenden Kontrasterscheinungen zu deuten, sofern die Abbildungsbedingungen den Voraussetzungen der kinematischen Theorie genügen.

Zur Deutung der Beugungserscheinungen in dickeren Schichten und für den Fall geringer oder verschwindender Abweichungen von der Bragg-Lage ist eine *dynamische* Theorie erforderlich, die die Mehrfachstreuung und die dynamische Wechselwirkung zwischen der einfallenden und den gebeugten Wellen berücksichtigt. Wie es sich zeigt, ist diese Theorie darüber hinaus auch in der Lage, Absorptionseffekte zu erfassen, die

die kinematische Theorie nicht beschreiben kann und die die Kontraste von Bildstrukturen z. T. sogar entscheidend beeinflussen.

Im folgenden werden die Gleichungen der dynamischen Theorie des elektronenmikroskopischen Bildkontrastes abgeleitet und die damit verbundenen physikalischen Prinzipien und mathematischen Methoden erläutert.

Nach einem kurzen historischen Abriss über die Entwicklung der dynamischen Theorie wird die *wellenoptische*, auf frühe Arbeiten von Darwin zurückgehende Ableitung der dynamischen Grundgleichungen erläutert, wobei die Darstellung im wesentlichen der Arbeit [14] folgt. Es werden die analytische Lösung der Gleichungen des Zweistrahlalles und die Wellenfunktionen im Kristall, speziell für eine vorgegebene Tiefe z, bestimmt.

Anschließend wird zur *wellenmechanischen* Behandlung übergegangen. Mit Hilfe des Bloch-Wellen-Ansatzes erfolgt die Lösung der Schrödinger-Gleichung zunächst für Idealkristalle, und die Dispersionsgleichung sowie die Dispersionsfläche werden diskutiert. Der folgende Teilabschnitt 1.3. 2. bildet gewissermaßen den Schwerpunkt des Abschn. 1. Er enthält eine detaillierte Ableitung der Differentialgleichungen für den gestörten Kristall, wobei die Methode der modifizierten Bloch-Wellen benutzt und die Wirkung der anomalen Absorption berücksichtigt wird. Die Rechnung erfolgt im wesentlichen ohne Auslassung von Zwischenschritten, um die verwendeten Näherungen sowie die im Zusammenhang mit örtlich veränderlichen Amplituden und Potentialen üblicherweise auftretenden mathematischen Ungenauigkeiten ausreichend diskutieren zu können. Schließlich wird im letzten Teilabschnitt noch die *Methode der Transmissionsmatrizen* behandelt, die sich für die Anwendung der Theorie auf den Kontrast von Planardefekten als sehr zweckmäßig erweist.

### 1.1. Zur Entwicklung der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung

Die strenge Lösung der Schrödinger-Gleichung im Kristallfeld für den Fall zweier starker Strahlen wurde 1928 von *Bethe* [1] angegeben, wobei sowohl die Lösungsmethode – Entwicklung der Wellenfunktion in eine ähnliche Fourier-Reihe wie die des Kristallpotentials, Aufstellung der Dispersionsgleichung, Befriedigung der Grenzbedingungen durch Kombination zweier Lösungen mit den beiden möglichen Wellenzahlvektoren – als auch die Ergebnisse weitgehend analog der 1917 von *Ewald* [2] entwickelten klassischen dynamischen Theorie der Röntgenstrahlen sind. Dazu sei noch erwähnt, daß die Grundgleichungen der dynamischen Theorie nicht nur wellenmechanisch, sondern formell auch wellenoptisch gewonnen werden können, ähnlich dem Verfahren, das *Darwin* 1914 [3], [4] in seiner Theorie der Röntgenstrahlreflexionen verwendete, um die Intensitäten in den Beugungsmaxima zu bestimmen. (Die wellenmechanische Behandlung der dynamischen Theorie der Röntgenstrahlen, die von *Darwin* und *Ewald* auf klassischer Grundlage entwickelt wurde, erfolgte erst 1931 durch *v. Laue* [5] und 1935 durch *Kohler* [6].) Im Fall der Elektronenbeugung wird diese Darwin'sche Methode zwar auch benutzt (*Howie*, *Whelan* 1960/61 [7], [8], *Kato* 1963 [9]), die Gültigkeit der dabei gefundenen Beziehungen kann jedoch nur durch wellenmechanische Rechnungen bewiesen werden.

Die Anwendung der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung auf den Fall der Durchstrahlung dünner Kristallblättchen erfolgte 1940 durch *McGillavry* [10], der es damit möglich machte, die Theorie am Beispiel der 1939 von *Kossel* u. *Möllenstedt* [11] aufgenommenen Elektronenbeugungsdiagramme zu prüfen. Durch Einbeziehung der inzwischen von den Brillouin-Zonen bekannten Vorstellungen in die dynamische Beugungstheorie paßte *Heidenreich* 1949 [12] diese Theorie den festkörperphysikalischen Anwendungen an und verband damit die Beugungstheorie mit der Bänder-

theorie. Der eigentliche Durchbruch der dynamischen Theorie zum anwendungsbereiten Hilfsmittel in der Transmissionselektronenmikroskopie erfolgte schließlich 1961 durch die Arbeiten von *Howie* u. *Whelan* [7], [8], [13]. Übersichtliche Darstellungen findet man in [14] sowie [15]. Während in [7] und [8] das Differentialgleichungssystem für die Amplituden des Primär- und des gebeugten Strahls angegeben ist, enthält [13] die numerische Integration dieses Systems für einige Anwendungen. Wegen des damit verbundenen verhältnismäßig hohen rechentechnischen Aufwandes teilte *Gevers* 1963 [16] die Kristallprobe in die oberhalb und unterhalb der untersuchten Kristallstörung liegenden, nahezu ungestörten Bereiche auf, für die er die hierfür geltenden analytischen Lösungen der dynamischen Theorie verwendete, und in den stark gestörten Bereich, den er mit einer verfeinerten kinematischen Methode behandelte.

Einen anderen Weg, die numerischen Schwierigkeiten der dynamischen Theorie zu überwinden, ging *Wilkins* 1964 [17], indem er den Wellenzustand im ungestörten Gitter durch die Anregungsstärken der Wellenfelder erfaßte, die (im Zweistrahlfall) jeweils aus der Überlagerung zweier in Richtung des Primärstrahls und in Richtung des gebeugten Strahls laufender ebener Wellen resultieren. Die Beugung im gestörten Gitter läßt sich dann durch eine örtliche Abhängigkeit dieser Anregungsstärken darstellen, was zu einfachen linearen Differentialgleichungen erster Ordnung zwischen ihnen führt.

### 1.2. Zur wellenoptischen Behandlung der dynamischen Beugungstheorie

Zunächst ist eine Bemerkung über die Aussagekraft der wellenoptischen Ableitung der dynamischen Gleichungen erforderlich. Es sollte beachtet werden, daß im Fall der Elektronenbeugung die Anwendung der Darwinschen Methode streng genommen nicht gerechtfertigt ist, d. h., der von *Darwin* 1914 angegebene Weg, der sich ursprünglich auf die Reflexion von Röntgen-Strahlen an parallel zur Kristalloberfläche orientierten Atomebenen bezog, kann nur formell auf die Elektronenbeugung übertragen werden, und es ist schwierig, eine mathematisch korrekte Rechtfertigung hierfür zu geben. Eine Bestätigung der auf dem Darwinschen Weg gefundenen Beziehungen ist nur mit Hilfe wellenmechanischer Methoden möglich. Dennoch läßt sich die Darwinsche Methode vorteilhaft als anschauliche Einführung in das Gebiet der dynamischen Theorie benutzen, wie es auch im folgenden geschehen soll. Dabei werden nur einige kurze Kommentare gegeben, offen bleibende Fragen werden in den folgenden Teilabschnitten behandelt.

Es sei ein Idealkristall so orientiert, daß sich nur eine Netzebenenschar in der Nähe der Bragg-Lage befindet, d. h., es werden alle anderen schwachen Bragg-Reflexionen vernachlässigt, so daß der sog. Zweistrahlfall vorliegt. Dann können die Elektronen, die den Kristall in z-Richtung durchlaufen, durch eine Wellenfunktion  $\psi(\vec{r})$  wie folgt beschrieben werden:

$$\psi(\vec{r}) = \Phi_0(z) e^{2\pi i \vec{\chi} \vec{r}} + \Phi_g(z) e^{2\pi i (\vec{\chi} + \vec{g} + \vec{s}) \vec{r}} \quad (1)$$

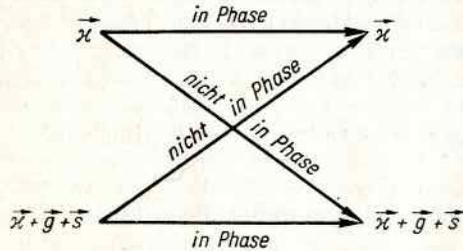
- $\vec{\chi}$  Wellenvektor im Vakuum
- $\vec{g}$  angeregter Beugungsreflex im reziproken Gitter
- $\vec{s}$  Abweichung des Reflexes  $\vec{g}$  von der exakten Bragg-Lage (s. Abschn. 1.3.2.)

Während in der kinematischen Theorie die Amplitude der einfallenden Welle als konstant angenommen wurde, muß im dynamischen Fall berücksichtigt werden, daß sich als Folge der wiederholten Streuprozesse beide Amplituden  $\Phi_0$  und  $\Phi_g$  mit

der Eindringtiefe  $z$  ändern. Es sind also zur mathematischen Erfassung des Vorgangs die Änderungen  $d\Phi_0$  und  $d\Phi_g$  zu beschreiben. Dabei müssen zwei unterschiedliche Arten von Streuvorgängen betrachtet werden:

Die Atome innerhalb eines bestimmten Volumenelements werden beide ankommenden Wellen (mit den Amplituden  $\Phi_0$  und  $\Phi_g$ ) in alle Richtungen streuen; in den meisten Richtungen werden diese gestreuten Wellen destruktiv interferieren, so daß die resultierenden Wellen vernachlässigbar sind. Es gibt jedoch zwei Richtungen, in denen sich die gestreuten Wellen verstärken. Wellen, die in ihre ursprüngliche Richtung gestreut werden, sind untereinander in Phase, und Wellen, die eine Richtungsänderung von der Größe des Bragg-Winkels erfahren, besitzen Phasendifferenzen, deren Größe vom Betrag des Anregungsfehlers abhängt.

Die geschilderten Verhältnisse können veranschaulicht werden durch folgendes Schema:



Die gesuchte Amplitudenänderung wird entsprechend mit folgendem Ausdruck beschrieben:

$$d\Phi_0 = (A\Phi_0(z) + B\Phi_g(z) e^{2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}}) dz \quad (2)$$

$A$  und  $B$  sind proportional zur jeweiligen Atomstreuamplitude; man setzt

$$A = \frac{\pi}{t_0} i; \quad B = \frac{\pi}{t_g} i;$$

$t_g$  ist identisch mit der Extinktionslänge (s. Abschn. 1.3.2.),  $t_0$  hat ebenfalls die Dimension einer Länge und wird später durch eine geeignete Transformation eliminiert. Damit haben  $A$  und  $B$ , wie erforderlich die Dimension einer reziproken Länge. Der Faktor  $i$  wurde eingeführt, um die Phasenverschiebung von  $\pi/2$  zu berücksichtigen, die nach der Streuung durch ein Volumenelement mit der Dicke  $dz$  auftritt. Der erste Term in Gl. (2) beschreibt somit den Beitrag zu  $d\Phi_0$ , der mit der Vorwärtsstreuung verbunden ist, während der zweite Term, der den von der kinematischen Theorie her bekannten Phasenfaktor enthält, den Beitrag der Bragg-Streuung erfaßt. Der Faktor  $dz$  drückt aus, daß die Änderung  $d\Phi_0$  proportional zur Distanz  $dz$  ist. Somit ergibt sich

$$d\Phi_0 = \left( \frac{\pi i}{t_0} \Phi_0(z) + \frac{\pi i}{t_g} \Phi_g(z) e^{2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}} \right) dz$$

und analog für  $d\Phi_g$ :

$$d\Phi_g = \left( \frac{\pi i}{t_0} \Phi_g(z) + \frac{\pi i}{t_g} \Phi_0(z) e^{-2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}} \right) dz$$

Weil das Produkt  $\vec{g} \cdot \vec{r}$  stets ganzzahlig und  $\vec{s}$  ein Vektor in  $z$ -Richtung ist, erhält man somit folgendes Gleichungssystem:

$$\frac{d\Phi_0}{dz} = \frac{\pi i}{t_0} \Phi_0 + \frac{\pi i}{t_g} \Phi_g e^{2\pi i s z}; \quad \frac{d\Phi_g}{dz} = \frac{\pi i}{t_0} \Phi_g + \frac{\pi i}{t_g} \Phi_0 e^{-2\pi i s z}$$

Um einfachere Ausdrücke zu erhalten, kann man folgende Transformation benutzen:

$$\Phi_0 = \Phi'_0 e^{\frac{\pi i z}{t_0}}; \quad \Phi_g = \Phi'_g e^{\frac{\pi i z}{t_0} - 2\pi i s z} \quad (3)$$

und erhält:

$$\frac{d\Phi'_0}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} \Phi'_g; \quad \frac{d\Phi'_g}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} \Phi'_0 + 2\pi i s \Phi'_g \quad (4)$$

Weil in der Transformation (3) die Phasenfaktoren  $\exp(\pi i z/t_0)$  enthalten sind, ist formell die Brechungseigenschaft des Kristalls berücksichtigt worden, d. h., die Einführung des Phasenfaktors entspricht der Wirkung eines Brechungsindex. Daher kann man die vollständige Wellenfunktion (1) wie folgt schreiben:

$$\psi(\vec{r}) = \Phi'_0(z) e^{2\pi i \vec{K} \cdot \vec{r}} + \Phi'_g(z) e^{2\pi i (\vec{K} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \quad (5)$$

Hierbei ist  $\vec{K}$  der Elektronenwellenvektor im Kristallinnern, so daß er die Welle repräsentiert, die durch das mittlere innere Potential des Kristalls gebrochen ist. Die Striche an den Symbolen der Amplituden können entfallen, da es nicht nötig ist, zwischen  $\Phi$ - und  $\Phi'$ -Amplituden zu unterscheiden. Der Grund dafür ist, daß letztlich nur die Intensitäten interessieren, weil sie diejenige physikalische Größe darstellen, die Struktur und Kontrast elektronenmikroskopischer Bilder bestimmt und deren rechnerische Erfassung somit von der Beugungstheorie ermöglicht werden soll.

Die Intensitäten sind gegeben durch die Ausdrücke  $\Phi_0$ ,  $\Phi_0^*$  sowie  $\Phi_g$ ,  $\Phi_g^*$  (der Stern bezeichnet die komplex konjugierte Größe) und bleiben durch die Verwendung der Phasenfaktoren ungeändert, weil diese bei Berechnung der Intensitätsausdrücke den Faktor 1 liefern.

### 1.2.1. Bestimmung der Amplituden und der kompletten Wellenfunktion

Die folgenden Schritte führen zu einer einfachen Differentialgleichung zweiter Ordnung für  $\Phi_0$ , die leicht gelöst werden kann:

Die Differentiation der ersten Gleichung des Systems (4) liefert

$$\frac{d^2 \Phi_0}{dz^2} = \frac{\pi i}{t_g} \left( \frac{\pi i}{t_g} \Phi_0 + 2\pi i s \frac{t_g}{\pi i} \frac{d\Phi_0}{dz} \right) = 2\pi i s \frac{d\Phi_0}{dz} - \frac{\pi^2}{t_g^2} \Phi_0$$

Der Ansatz  $\Phi_0 = \exp(2\pi i \gamma z)$  führt zu der charakteristischen Gleichung

$$\gamma^2 - \gamma s - \frac{1}{4} t_g^{-2} = 0,$$

und man erhält

$$\gamma_{1,2} = \frac{1}{2} (s \mp \sqrt{s^2 + t_g^{-2}})$$

Für  $\Phi_0$  und  $\Phi_g$  ergibt sich das Lösungssystem

$$\begin{aligned} \Phi_0^{(1,2)} &= C_0^{(1,2)} e^{\pi i z (s \mp \sqrt{s^2 + t_g^{-2}})} \\ \Phi_g^{(1,2)} &= C_g^{(1,2)} e^{\pi i z (s \mp \sqrt{s^2 + t_g^{-2}})} \end{aligned} \quad (6)$$

Nach Einsetzen von Gl. (6) in Gl. (4) findet man für die Beziehungen zwischen den Konstanten

$$\frac{C_g^{(1)}}{C_0^{(1)}} = t_g s - \sqrt{1 + s^2 t_g^2}; \quad \frac{C_g^{(2)}}{C_0^{(2)}} = t_g s + \sqrt{1 + s^2 t_g^2} \quad (7)$$

und für die zwei unabhängigen Lösungen der Wellenfunktionen ergibt sich somit

$$\begin{aligned} \psi^{(1)}(\vec{r}) &= C_0^{(1)} e^{2\pi i \vec{k}^{(1)} \vec{r}} + C_g^{(1)} e^{2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \vec{g}) \vec{r}} \\ \psi^{(2)}(\vec{r}) &= C_0^{(2)} e^{2\pi i \vec{k}^{(2)} \vec{r}} + C_g^{(2)} e^{2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \vec{g}) \vec{r}} \end{aligned} \quad (8)$$

Über die Größe der modifizierten Wellenvektoren  $\vec{k}^{(1)}$  und  $\vec{k}^{(2)}$  lassen sich folgende Aussagen machen:

Weil  $z$  senkrecht zur Richtung des Beugungsvektors  $\vec{g}$  gemessen wird, sind die  $x$ - und  $y$ -Komponenten von  $\vec{k}^{(1)}$  und  $\vec{k}^{(2)}$  dieselben wie die von  $\vec{K}$ . Für die  $z$ -Komponenten findet man aus der Lösung der Differentialgleichung die folgenden Beziehungen:

$$\begin{aligned} k_z^{(1)} &= K_z + \gamma_1 = K_z + \frac{1}{2} (s + \sqrt{s^2 + t_g^{-2}}) \\ k_z^{(2)} &= K_z + \gamma_2 = K_z + \frac{1}{2} (s - \sqrt{s^2 + t_g^{-2}}) \end{aligned} \quad (9)$$

Die vollständige Wellenfunktion  $\psi(\vec{r})$  für eine gegebene Situation muß aus einer bestimmten Superposition der beiden unabhängigen Wellen (Gl. 8) bestehen, d. h., es muß eine geeignete Linearkombination von  $\psi^{(1)}$  und  $\psi^{(2)}$  gefunden werden. Dazu ist es zweckmäßig, zunächst die vier Konstanten  $C_{0,g}^{(1,2)}$  zu normieren, so daß die folgende Bedingung erfüllt wird:

$$|C_0^{(1)}|^2 + |C_g^{(1)}|^2 = |C_0^{(2)}|^2 + |C_g^{(2)}|^2 = 1 \quad (10)$$

Dies wird leicht möglich durch Einführung eines neuen Abweichungsparameters  $\beta \doteq \text{arc cot}(t_g s)$ . Man setzt  $t_g s \doteq w$  und erhält  $w = \cot \beta$ . Damit ergibt sich

$$\cos \frac{\beta}{2} = C_0^{(1)} = C_g^{(2)}; \quad \sin \frac{\beta}{2} = C_0^{(2)} = -C_g^{(1)} \quad (11)$$

wodurch die geforderte Relation (10) erfüllt wird. Die Gültigkeit der Beziehungen (11) läßt sich folgendermaßen zeigen:

Es gilt zunächst

$$\cos \beta = \frac{w}{\sqrt{1+w^2}}; \quad \sin \beta = \frac{1}{\sqrt{1+w^2}}$$

$$\cos \frac{\beta}{2} = \sqrt{\frac{1 + \frac{w}{\sqrt{1+w^2}}}{2}}; \quad \sin \frac{\beta}{2} = \sqrt{\frac{1 - \frac{w}{\sqrt{1+w^2}}}{2}}$$

Daher ergibt sich z. B. für den Ausdruck  $C_g^{(2)}/C_0^{(2)}$  die Beziehung

$$\frac{C_g^{(2)}}{C_0^{(2)}} = \frac{\cos \frac{\beta}{2}}{\sin \frac{\beta}{2}} = \sqrt{\frac{\sqrt{1+w^2} + w}{\sqrt{1+w^2} - w}} = \sqrt{\frac{(\sqrt{1+w^2} + w)^2}{1+w^2 - w^2}} = t_g s + \sqrt{1 + t_g^2 s^2}$$

Der oben eingeführte Parameter  $\beta$  ist, ähnlich wie  $w = t_g s$ , ein Maß für die Abweichung von der exakten Bragg-Lage.

Mit den nunmehr normierten Ausdrücken kann die vollständige Wellenfunktion des Elektrons im Kristallinneren geschrieben werden als

$$\begin{aligned} \psi(\vec{r}) &= \vartheta^{(1)} \left[ \cos \frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{k}^{(1)} \vec{r}} - \sin \frac{\beta}{2} e^{2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \vec{g}) \vec{r}} \right] \\ &+ \vartheta^{(2)} \left[ \sin \frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{k}^{(2)} \vec{r}} + \cos \frac{\beta}{2} e^{2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \vec{g}) \vec{r}} \right] \end{aligned} \quad (12)$$

$\vartheta^{(1)}$  und  $\vartheta^{(2)}$  sind dabei Konstanten, die durch die jeweiligen Randbedingungen zu bestimmen sind.

### 1.2.2. Amplituden in vorgegebener Tiefe und Intensitäten an der Austrittsfläche

Die Gestalt der Gl. (12) weist bereits auf die Ergebnisse der wellenmechanischen Behandlung hin, die im nächsten Teilabschnitt erfolgen wird. Man erkennt, daß die Elektronenwelle durch eine Linearkombination zweier Funktionen beschrieben werden kann, von denen jede aus einer Kombination ebener Wellen besteht. Diese letzteren Kombinationen sind – wie in den nächsten Teilabschnitten deutlich wird – die sog. Bloch-Wellen.

Eine vollständige Kenntnis der Wellenfunktion  $\psi(\vec{r})$  in allen Punkten des Kristalls – einschließlich der Kristallunterseite, wo die Elektronenstrahlen die Probe verlassen – ist gegeben, wenn  $\vartheta^{(1)}$  und  $\vartheta^{(2)}$ , die Amplituden der Bloch-Wellen, bestimmt sind. Dies ist mit Hilfe der Grenzbedingungen bei  $z = 0$ , der Eintrittsstelle, möglich, wo die Amplitude  $\Phi_0$  des ungebeugten Strahls den Einheitswert und die Amplitude  $\Phi_g$  des gebeugten Strahls den Wert Null annehmen muß, d. h.

$$\Phi_0(0) = 1; \quad \Phi_g(0) = 0 \quad (13)$$

Setzt man die aus Gl. (12) für die durchgehende und die gebeugte Welle  $W_0$  und  $W_g$  folgenden Beziehungen

$$W_0(\vec{r}) = \vartheta^{(1)} \cos \frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{k}^{(1)} \vec{r}} + \vartheta^{(2)} \sin \frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{k}^{(2)} \vec{r}} \quad (14a)$$

$$W_g(\vec{r}) = -\vartheta^{(1)} \sin \frac{\beta}{2} e^{2\pi i (\vec{k}^{(1)} + \vec{g}) \vec{r}} + \vartheta^{(2)} \cos \frac{\beta}{2} e^{2\pi i (\vec{k}^{(2)} + \vec{g}) \vec{r}} \quad (14b)$$

in Gl. (13) ein, so ergibt sich für die zugehörigen Amplituden  $\Phi_0$  und  $\Phi_g$

$$\Phi_0(0) = \vartheta^{(1)} \cos \frac{\beta}{2} + \vartheta^{(2)} \sin \frac{\beta}{2} = 1 \quad (15a)$$

$$\Phi_g(0) = -\vartheta^{(1)} \sin \frac{\beta}{2} + \vartheta^{(2)} \cos \frac{\beta}{2} = 0 \quad (15b)$$

Hieraus folgt unmittelbar, daß

$$\vartheta^{(1)} = \cos \frac{\beta}{2}; \quad \vartheta^{(2)} = \sin \frac{\beta}{2} \quad (16)$$

Somit sind die Amplituden der beiden Bloch-Wellen orientierungsabhängig, da  $\beta$  eine Funktion des Abweichungsparameters ist.

Mit den Gln. (5), (14) und (16) können nun die Ausdrücke für die Amplituden von ungebogener und gebogener Welle bestimmt werden:

$$\Phi_0(z)e^{2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r}} = \cos^2\left(\frac{\beta}{2}\right) e^{2\pi i \vec{k}^{(1)} \cdot \vec{r}} + \sin^2\left(\frac{\beta}{2}\right) e^{2\pi i \vec{k}^{(2)} \cdot \vec{r}} \quad \text{d. h.} \quad (17)$$

$$\Phi_0(z) = \cos^2\frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{r} \cdot (\vec{k}^{(1)} - \vec{K})} + \sin^2\frac{\beta}{2} e^{2\pi i \vec{r} \cdot (\vec{k}^{(2)} - \vec{K})}$$

Betrachtet man nur die  $z$ -Komponente und berücksichtigt die Beziehung (9), so erhält man aus Gl. (17):

$$\Phi_0(z) = \cos^2\frac{\beta}{2} e^{\pi i z (s - Ak)} + \sin^2\left(\frac{\beta}{2}\right) e^{\pi i z (s + Ak)} \quad (18)$$

Dabei wurde die Abkürzung

$$Ak = (s^2 + \frac{1}{\epsilon_g} w^2)^{1/2} = \frac{1}{t_g} (1 + w^2)^{1/2}$$

verwendet. Gleichung (18) kann wie folgt umgeformt werden:

$$\Phi_0(z) = e^{\pi i s z} \left\{ \cos^2\frac{\beta}{2} [\cos(\pi Akz) - i \sin(\pi Akz)] + \sin^2\frac{\beta}{2} [\cos(\pi Akz) + i \sin(\pi Akz)] \right\}$$

$$= e^{\pi i s z} \left\{ \cos(\pi Akz) - i \sin(\pi Akz) \underbrace{\left[ \cos^2\frac{\beta}{2} - \sin^2\frac{\beta}{2} \right]}_{\cos\beta} \right\}$$

Somit ergibt sich

$$\Phi_0(z) = e^{\pi i s z} [\cos(\pi Akz) - i \cos\beta \sin(\pi Akz)] \quad (19)$$

In ähnlicher Weise findet man für  $\Phi_g(z)$  die Beziehung

$$\Phi_g(z) = e^{\pi i s z} [i \sin\beta \sin(\pi Akz)] \quad (20)$$

In beiden Gln. (19) und (20) wird im allgemeinen, aus den schon oben angeführten Gründen, der Phasenfaktor  $\exp(\pi i s z)$  vernachlässigt.

Mit den Gln. (19) und (20) wird nun die Bestimmung der Intensität der Strahlen an der Unterseite des Kristalls möglich, indem für  $z$  die Kristalldicke  $t$  eingesetzt wird und die entstehenden Ausdrücke jeweils mit den entsprechenden komplex konjugierten Größen multipliziert werden.

Die Beziehungen für die Intensitäten, die im Gang der wellenmechanischen Rechnungen ebenfalls auftreten, werden in Abschn. 1.3.2. ausführlich diskutiert.

### 1.3. Wellenmechanische Behandlung der dynamischen Beugungstheorie

Im folgenden werden zunächst die Dispersionsgleichung und die Dispersionsfläche behandelt, damit eine anschauliche Interpretation der dynamischen Grundgleichungen möglich ist. Dazu ist lediglich die Behandlung des Idealkristalls erforderlich.

Die Lösungen für den Realkristall, durch die eine Interpretation der elektronenmikroskopischen Abbildung von Kristallbaufehlern möglich wird, erfolgt anschließend mit Hilfe der Methode der modifizierten Bloch-Wellen.

### 1.3.1. Beugung am Idealkristall

Um die Rechnungen besser als es bei der wellenoptischen Behandlungsweise möglich ist, den zu beschreibenden physikalischen Vorgängen anzupassen, muß die Wellennatur des Elektrons berücksichtigt und die Wirkung des periodischen Kristallpotentials auf die einfallende Elektronenwelle untersucht werden. Man wird demzufolge Bloch-Wellenfunktionen als stationäre Lösungen für die Elektronenwelle erwarten. Das sich bewegende Elektron hat eine bestimmte Energie, und die zugeordnete Welle muß entsprechend der Heisenbergschen Unschärferelation als unendlich ausgedehnter Wellenzug angesehen werden.

Die gesuchte Wellenfunktion  $\psi(\vec{r})$  muß die Schrödinger-Gleichung

$$A\psi(\vec{r}) + \frac{8\pi^2 m e}{h^2} [E + V(\vec{r})] \psi(\vec{r}) = 0 \quad (21)$$

erfüllen. Dabei ist  $E$  die Beschleunigungsspannung und  $V(\vec{r})$  das Kristallpotential, das zweckmäßigerweise in eine Fourier-Reihe entwickelt wird:

$$V(\vec{r}) = \frac{h^2}{2me} \sum_{\nu} V_{\nu} e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r}} \quad (22)$$

Der Index  $\nu$  soll eine dreifache Summation über  $h, k, l$ , die Indizes der reziproken Gittervektoren, symbolisieren (s. Abschn. 1.3.2.), so daß alle reziproken Gittervektoren in die Summation eingeschlossen sind. Die  $V_{\nu}$  sind Fourier-Koeffizienten, also bestimmte Konstanten.

Wie schon durch die Resultate des vorigen Abschnitts deutlich wurde, ist eine Lösung in Form einer Bloch-Welle mit dem Wellenvektor  $\vec{k}$  zu erwarten:

$$\psi(\vec{r}) = b(\vec{k}, \vec{r}) = \sum_{\nu} C_{\nu}(\vec{k}) e^{2\pi i (\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} \quad (23)$$

Es ist zu erkennen, daß diese Bloch-Welle aus mehr als nur zwei ebenen Wellen besteht, weil alle Atomebenenscharen nahe der Bragg-Lage berücksichtigt werden sollen. Verschiedene mögliche  $\vec{k}$ -Vektoren liefern verschiedene mögliche Bloch-Wellen.

Das Einsetzen der Gln. (22) und (23) in Gl. (21) führt über einige Zwischenrechnungen (die hier ausgelassen wurden, da ähnliche Schritte detailliert im Abschn. 1.3. ausgeführt werden) auf folgende Beziehung zwischen Wellenvektoren, Amplituden und Potentialkoeffizienten:

$$[K^2 - (\vec{k} + \vec{g})^2] C_{\nu}(\vec{k}) + \sum_h V_h C_{\nu-h}(\vec{k}) = 0 \quad (24)$$

Hier ist  $K = (V_0 + 2meE/h^2)^{1/2}$  wieder der Betrag des Wellenvektors der vom mittleren inneren Kristallpotential gebrochenen Welle. Zur Reduktion des Systems (24) auf den Zweistrahlfall (d. h. für die Reflexe  $\nu = 0$  und  $\nu = g$ ) müssen aus Gl. (24) zwei Gleichungen für die entsprechenden Konstanten  $C_0$  und  $C_g$  gewonnen werden: Wir setzen zunächst  $\nu = 0$  und erhalten

$$(K^2 - k^2) C_0(k) + \sum_h V_h C_{0-h}(k) = 0$$

Um im zweiten Teil dieses Ausdrucks den Koeffizienten  $C_g$  zu erhalten, ist es nötig, daß  $0 - h = g$ , d. h.  $h = -g$ ; somit ergibt sich

$$(K^2 - k^2) C_0(k) + V_{-g} C_g(k) = 0 \quad (25)$$

Nun wird in Gl. (24)  $v = g$  gesetzt, wodurch im zweiten Teil der entstehenden Gleichung das Auftreten von  $C_0$  erreicht wird, wenn  $g - h = 0$ , d. h.  $h = g$ . Daraus folgt

$$\left[ K^2 - (\vec{k} + \vec{g})^2 \right] C_g(k) + V_g C_0(k) = 0 \quad (26)$$

Eine Lösung für die zwei Amplituden  $C_0$  und  $C_g$  existiert, wenn die Determinante der Koeffizienten des Gleichungssystems (25) und (26) verschwindet, d. h.

$$\begin{vmatrix} K^2 - k^2 & V_g \\ V_g & K^2 - (\vec{k} + \vec{g})^2 \end{vmatrix} = 0 \quad (27)$$

Diese Beziehung läßt sich vereinfachen:

$K$ ,  $k$  und  $|\vec{k} + \vec{g}|$  sind annähernd gleich groß und sehr viel größer als die Differenzen zwischen ihnen. (Die Energie des einfallenden Strahls ist mehrere Größenordnungen höher als das Gitterpotential.) Somit kann man schreiben:

$$K + k \approx 2K \quad \text{und} \quad K + |\vec{k} + \vec{g}| \approx 2K \quad (28)$$

Wenn der Ursprung des Bezugssystems so gelegt wird, daß er mit einem Symmetriezentrum des Kristalls zusammenfällt, gilt außerdem

$$V_g V_{-g} = V_g^2 \quad (29)$$

Mit den Gln. (28) u. (29) wird aus Gl. (27)

$$(K - k) \left( K - |\vec{k} + \vec{g}| \right) = \frac{V_g^2}{4K^2} \quad (30)$$

Die Beziehung (30) muß erfüllt sein, wenn irgendwelche Bloch-Wellenamplituden  $C_0$  und  $C_g$  existieren sollen, d. h., wir haben mit Gl. (30) die Möglichkeit, jene Wellenvektoren zu konstruieren, die kompatibel mit dieser Bedingung sind.

Gleichungen, durch die - wie in Gl. (30) - Energie und Wellenvektor miteinander verknüpft werden, heißen wie in der theoretischen Optik Dispersionsgleichungen. Im  $k$ -Raum können die von der Dispersionsgleichung beschriebenen geometrischen Beziehungen dargestellt werden. Dies führt auf die sog. Dispersionsfläche, die von den Endpunkten der gesuchten Wellenvektoren beschrieben wird. Im Bild 1 ist die der Gl. (30) entsprechende Dispersionsfläche für den Fall hoher Energien dargestellt. (Für Elektronen von vergleichsweise niedrigen Energien sind die bekannten Fermi-Flächen Beispiele von Dispersionsflächen.) Durch Aufspaltung der Wellenvektoren

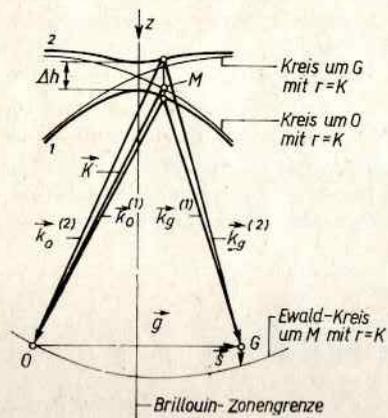


Bild 1. Darstellung einer Dispersionsfläche im  $k$ -Raum

in ihre Komponenten und entsprechende analytische Behandlung der Beziehung (30) läßt sich zeigen, daß die Dispersionsfläche aus zwei Zweigen (1) und (2) besteht, die einen hyperbelähnlichen Verlauf haben und sich, wie im Bild 1 dargestellt, asymptotisch den Kreisen vom Radius  $K$  nähern. Die vertikale Linie ist die Brillouin-Zonengrenze und schneidet demzufolge rechtwinklig den reziproken Gittervektor  $\vec{g}$ .

Die Konstruktion der gesuchten Wellenvektoren beginnt mit dem Eintragen des Wellenvektors  $K$  der einfallenden, vom mittleren inneren Potential des Kristalls gebrochenen Welle. Danach wird der entsprechende Ewald-Kreis gezeichnet, und man findet den angeregten Reflex  $\vec{g}$  sowie den zugehörigen Abweichungsparameter  $\vec{s}$ . Es werden nun zwei Kreisbögen mit dem Radius  $K$  um  $\theta$  und  $G$  (s. Bild 1) geschlagen, die sich auf der Brillouin-Zonengrenze schneiden, da diese die Mittelsenkrechte der Strecke  $\overline{OG}$  bildet. Diese Kreise sind die Asymptoten der beiden Zweige der Dispersionsfläche, genauer gesagt, der Schnittlinien dieser Fläche mit der Zeichenebene. Aus der Dispersionsgleichung geht hervor, daß jeder Punkt der beiden Zweige dieser

Fläche durch mögliche Wellenvektoren  $\vec{k}$  und  $\vec{k} + \vec{g}$  mit den Punkten  $\theta$  und  $G$  des reziproken Gitters verbunden werden kann. Die vorliegende Konstruktion erlaubt es nun, unter diesen Wellenvektoren diejenigen herauszufinden, die kompatibel mit dem Vektor  $\vec{K}$  und den gegebenen Randbedingungen, wie Struktur und Orientierung des Kristalls, sind. Die Erfüllung der Randbedingungen erfordert, daß an der Eintrittsstelle des Strahls ( $z = 0$ ) die  $x$ - und  $y$ -Komponenten des Wellenvektors unverändert bleiben. Dementsprechend müssen wir diejenigen Wellenvektoren auswählen, deren Anfangspunkt in  $z$ -Richtung über bzw. unter dem Anfangspunkt des Vektors  $K$  auf der Dispersionsfläche liegt, und erhalten so die Wellenvektoren  $\vec{k}_0^{(1)}$  und  $\vec{k}_g^{(2)}$ , die die gegebenen Randbedingungen erfüllen. Verbindet man die gefundenen Punkte der Dispersionsfläche mit dem reziproken Gitterpunkt  $G$ , der den angeregten Reflex symbolisiert, so findet man noch die Wellenvektoren  $\vec{k}_g^{(1)}$  und  $\vec{k}_0^{(2)}$ . Somit liefert die Konstruktion vier verschiedene Wellenvektoren ebener Wellen, von denen jeweils zwei eine Bloch-Welle bilden, d. h. Bloch-Welle 1 besteht aus  $\vec{k}_0^{(1)}$  und  $\vec{k}_g^{(1)}$ , Blochwelle 2 aus  $\vec{k}_0^{(2)}$  und  $\vec{k}_g^{(2)}$ . Andererseits bilden  $\vec{k}_0^{(1)}$  und  $\vec{k}_0^{(2)}$  den Nullreflex, während  $\vec{k}_g^{(1)}$  und  $\vec{k}_g^{(2)}$  sich zum angeregten Reflex vereinigen, so daß folglich die oberen Indizes der Wellenvektoren die Bloch-Wellennummer angeben und die unteren Indizes die Reflexe bezeichnen.

Einige ergänzende Bemerkungen zum Problem der Anpassung an die Randbedingungen, auch unter Berücksichtigung des Mehrstrahlfalls, werden im Abschn. 1.3.2. gegeben.

Im Zusammenhang mit dem Konzept der Dispersionsfläche ist noch die Frage nach dem kleinsten Abstand zwischen den beiden Zweigen von Interesse, die hier abschließend behandelt werden soll. Dieser minimale Abstand  $\Delta h$  wird sich unmittelbar auf der Brillouin-Zonengrenze einstellen. In exakter Bragg-Lage gilt  $|\vec{k} + \vec{g}| = |\vec{k}| = k$ , und die Dispersionsgleichung vereinfacht sich zu

$$K - k = \frac{V_g}{2K}$$

Andererseits gilt  $\Delta h \approx 2(K - k)$ , so daß man schließlich erhält

$$\Delta h \approx \frac{V_g}{K} \left( = \frac{1}{t_g} \right)$$

Im Abschn. 1.3.2. wird gezeigt, daß dieser Ausdruck gleichbedeutend mit dem Kehrwert der Extinktionslänge  $t_g$  ist.

### 1.3.2. Grundgleichungen der dynamischen Kontrasttheorie von Gitterstörungen

In den vorigen Teilabschnitten wurden auf anschaulichem Weg und durch vereinfachte Rechnungen einige Aussagen der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung behandelt. Darauf aufbauend kann nun mit Hilfe eines strengeren mathematischen Formalismus die Theorie des Bildkontrastes von Gitterdefekten entwickelt werden. Dazu wird hier die Methode der modifizierten Bloch-Wellen benutzt, und die mathematische Behandlung erfolgt weitgehend ohne Auslassung von Zwischenrechnungen, damit der Einfluß von üblicherweise benutzten Näherungen deutlich wird und mathematische Ungenauigkeiten, die bei der Behandlung örtlich veränderlicher Amplituden und Potentiale unvermeidlich sind (wenn der Rechenaufwand in vernünftigen Grenzen bleiben soll), besser diskutiert werden können.

Es wird der in der Transmissionselektronenmikroskopie allein wichtige Laue-Fall betrachtet, wo also Ein- und Austrittsstelle des Strahls bzw. der Strahlen auf entgegengesetzten Seiten der Kristallfolie liegen. Die Rechnungen für den sog. Bragg-Fall, bei dem der einfallende Strahl und die gebeugten Strahlen den Kristall auf derselben Oberfläche treffen bzw. verlassen, liefern wesentlich andere Ergebnisse [18].

Ausgangspunkt ist die zeitfreie, nichtrelativistische Schrödinger-Gleichung in kartesischen Koordinaten

$$\Delta \Psi(\vec{r}) + \frac{8\pi^2 m e}{h^2} [E + V(\vec{r})] \Psi(\vec{r}) = 0 \quad (31)$$

$m$  Masse des einfallenden Elektrons

$E$  Energie des einfallenden Elektrons ( $e$  Elementarladung)

$h$  Plancksche Konstante

$\vec{r} = \vec{r}(x, y, z)$

Die Wellenfunktion  $\Psi$  ist der Bedingung unterworfen, an jeder Stelle  $\vec{r}$  eindeutig und stetig zu sein; weiterhin muß überall das Integral  $\iiint_{\Omega} \Psi(\vec{r}) \Psi^*(\vec{r}) d\Omega$  existieren ( $d\Omega$  Volumenelement). Im Spannungsbereich bis  $\approx 100$  kV können mit ausreichender Genauigkeit für  $E$  die Beschleunigungsspannung  $E_0$  und für  $m$  die Ruhemasse  $m_0$  eingesetzt werden. Im Höchstspannungsbereich, wo relativistisch gerechnet und streng genommen von der Dirac-Gleichung ausgegangen werden müßte, genügt es – nach Rechnungen und Abschätzungen von Fujiwara [19], [20] – die relativistischen Effekte unter Vernachlässigung des Elektronenspins dadurch zu beschreiben, daß in Gl. (31) die relativistisch korrigierten Größen  $m = m_0 (1 + e E_0 / m_0 c^2)$  und

$$E = E_0 \frac{1 + e E_0 / 2 m_0 c^2}{1 + e E_0 / m_0 c^2} \quad \text{auftreten.}$$

Das Kristallpotential  $V$  kann in perfekten Kristallen entsprechend der Raumgitterperiodizität in eine dreifache Fourier-Reihe entwickelt werden. Enthält der Kristall Störungen, dann ist das Potential nicht mehr periodisch, und die Reihenentwicklung muß die Ortsabhängigkeit des Potentials berücksichtigen:

$$V(\vec{r}) = V_0 + \frac{h^2}{2m_0 e} \sum_h \sum_k \sum_l V_{hkl}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{hkl} \cdot \vec{r}} \quad (32)$$

$V_0$  mittleres inneres Potential

$\vec{g}_{hkl}$  Vektoren des reziproken Gitters

Damit trotz der gesonderten Behandlung von  $V_0$  die Summation über die nächsten Koeffizienten der Potentialentwicklung mit  $(h, k, l) = (0, 0, 0)$  beginnen kann, wird nicht über  $V_{hkl}$  sondern über  $V'_{hkl}$  summiert, mit der Festsetzung, daß

$$V'_{000} = 0. \quad (33)$$

Da die einzelnen Koeffizienten der modifizierten Fourier-Zerlegung (32) komplexe Größen sind, ist

$$V'_{hkl}(\vec{r}) = |V'_{hkl}| e^{i\theta_{hkl}}(\vec{r}) \quad (34)$$

wobei  $\theta_{hkl}$ , der Phasenwinkel des Fourier-Koeffizienten, die entsprechende Ortsabhängigkeit von  $V'_{hkl}$  repräsentiert. Gl. (32) stellt also wegen der von  $\vec{r}$  abhängigen Koeffizienten keine Fourier-Entwicklung im eigentlichen Sinn dar, wodurch das Auffinden einer exakten Lösung der entstehenden Gleichungssysteme, das für perfekte Kristalle verhältnismäßig einfach ist, in gestörten Kristallen unmöglich gemacht oder zumindest sehr erschwert wird (s. u.). Um die Schrödinger-Gleichung unter diesen Potentialverhältnissen lösen zu können, wird  $\Psi(\vec{r})$  analog zu Gl. (32) ebenfalls in eine modifizierte Fourier-Reihe entwickelt:

$$\Psi(\vec{r}) = \sum_h \sum_k \sum_l \psi_{hkl}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{hkl} \cdot \vec{r}} \quad (35)$$

wobei die  $\vec{k}_{hkl}$  Wellenvektoren sind, die sich sämtlich um reziproke Gittervektoren  $\vec{g}_{hkl}$  voneinander unterscheiden. Da die  $\psi_{hkl}$  Funktionen von  $\vec{r}$  sind, handelt es sich in Gl. (35) nicht um Bloch-Wellen im eigentlichen Sinn, sondern um modifizierte Bloch-Wellen mit ortsabhängigen Amplituden, was dem Umstand Rechnung trägt, daß in einem deformierten Kristall, wie auch strenggenommen schon in einem endlichen Kristall, keine vollkommene Gitterperiodizität existiert und somit keine Bloch-Lösungen auftreten können.

Der einfacheren Schreibweise wegen wird im folgenden die dreifache Summation über das Indextripel  $(h, k, l)$  symbolisiert durch eine Summation über  $\nu$ :  $\sum_h \sum_k \sum_l \rightarrow \sum_{\nu}$ . Setzt man die Gln. (32) u. (35) in Gl. (31) ein und berücksichtigt dabei für  $\Delta \Psi$  die Identität

$$\Delta [f_1(\vec{r}) f_2(\vec{r})] = f_1(\vec{r}) \Delta f_2(\vec{r}) + f_2(\vec{r}) \Delta f_1(\vec{r}) + 2 \nabla f_1(\vec{r}) \cdot \nabla f_2(\vec{r})$$

dann ergibt sich

$$\sum_{\nu} \left[ -4\pi^2 k_{\nu}^2 \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} + e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} \Delta \psi_{\nu}(\vec{r}) + 4\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \nabla \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right] + \frac{8\pi^2 m e}{h^2} \left[ E + V_0 + \frac{h^2}{2m_0 e} \sum_{\nu} V'_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right] \sum_{\nu} \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} = 0 \quad (36)$$

Der zweite Teil der linken Seite von Gl. (36) läßt sich vereinfachen:

$$\frac{8\pi^2 m e}{h^2} \left( E + V_0 + \frac{h^2}{2m_0 e} \sum_{\nu} V'_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right) \sum_{\nu} \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} = 4\pi^2 K^2 \sum_{\nu} \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} + 4\pi^2 \left( \sum_{\nu} V'_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right) \left( \sum_{\nu} \psi_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right) \quad (37)$$

Dabei wurde

$$K^2 = \frac{2me}{h^2} (E + V_0) \quad (38)$$

gesetzt; eine Beziehung, die außerhalb des Kristalls mit der De-Broglie-Beziehung übereinstimmt, denn dort ist  $V_0 = 0$ . Es folgt damit aus Gl. (38)

$$K^2 = \frac{1}{\lambda^2} = \frac{2mE_{\text{kin}}}{h^2} = \frac{2m}{h^2} \frac{m}{2} v^2 = \frac{m^2 v^2}{h^2}$$

$v$  Elektronengeschwindigkeit außerhalb des Kristalls

Somit ist  $K$  wieder der Wellenvektor der einfallenden Elektronenwelle, die gebrochen wird von einem Medium des mittleren inneren Potentials  $V_0$ .

Das Produkt der beiden Summen in Gl. (37) läßt sich durch Zusammenfassen von  $\vec{k}$ - und  $\vec{g}$ - Vektoren und anschließende Indexverschiebungen ausrechnen:

$$\left( \sum_{\nu} V'_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{\nu} \cdot \vec{r}} \right) \left( \sum_{\mu} \psi_{\mu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\mu} \cdot \vec{r}} \right) = \sum_{\nu} \sum_{\mu} V'_{\nu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{r} \cdot (\vec{g}_{\nu} + \vec{k}_{\mu})}$$

$$= \sum_{\lambda} e^{2\pi i \vec{k}_{\lambda} \cdot \vec{r}} \sum_{\mu} V'_{\lambda-\mu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}),$$

wobei  $\vec{k}_{\mu} + \vec{g}_{\nu} = \vec{k}_{\lambda}$  und  $\mu + \nu = \lambda$ .

Nun kann  $\nu$  wieder die Stelle von  $\lambda$  einnehmen, ohne daß sich am Summationsprozeß etwas ändert, und man erhält:

$$\sum_{\nu} V'_{\nu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{g}_{\nu} \cdot \vec{r}} \sum_{\mu} \psi_{\mu}(\vec{r}) e^{2\pi i \vec{k}_{\mu} \cdot \vec{r}} = \sum_{\nu} e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} \sum_{\mu} V'_{\nu-\mu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}) \quad (39)$$

Durch Einsetzen der Gln. (38) u. (39) in Gl. (37) und entsprechendes Zusammenfassen ergibt sich

$$4\pi^2 \sum_{\nu} e^{2\pi i \vec{k}_{\nu} \cdot \vec{r}} \left[ \psi_{\nu}(\vec{r}) (K^2 - k_{\nu}^2) + \frac{\Delta \psi_{\nu}(\vec{r})}{4\pi^2} + \frac{i}{\pi} k_{\nu} \nabla \psi_{\nu}(\vec{r}) + \sum_{\mu} V'_{\nu-\mu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}) \right] = 0 \quad (40)$$

Wenn  $\psi_{\nu}$  und  $V_{\nu}$  Konstanten wären, wie es bei einer echten Fourier-Zerlegung der Fall ist, würde diese Gleichung beim Verschwinden der Koeffizienten jeder e-Potenz erfüllt sein, d. h., die Lösung ergäbe sich dann durch Nullsetzen des in eckigen Klammern stehenden Ausdrucks von Gl. (40). Da die  $\psi_{\nu}$  und die  $V_{\nu}$  aber Funktionen von  $r$  sind, müssen diejenigen Linearkombinationen der Koeffizienten gesucht werden, die die linke Seite von Gl. (40) zum Verschwinden bringen.

Dies stößt auf große mathematische Schwierigkeiten, so daß folgende Vereinfachung nötig wird. Die durch die Anwesenheit von Kristallbaufehlern verursachten Störungen der Periodizität des Fourier-Potentials werden als so schwach angenommen, bzw. es wird ihr Einfluß auf einen so kleinen Bereich beschränkt, daß Gl. (40) formell wie eine Fourier-Entwicklung behandelt werden kann und die durch Nullsetzen der Koeffizienten gewonnenen Lösungen nur geringfügig von den exakten abweichen sollten.

Da sich die  $\psi_{\nu}$  in Abhängigkeit von  $\vec{r}$  nur wenig ändern und außerdem die  $\vec{k}_{\nu}$  verhältnismäßig große Faktoren sind, wird  $\Delta \psi_{\nu}$  wegen  $\Delta \psi_{\nu} \ll k_{\nu} \nabla \psi_{\nu}$  vernachlässigt, und man erhält:!

$$(K^2 - k_{\nu}^2) \psi_{\nu}(\vec{r}) + \frac{i}{\pi} \vec{k}_{\nu} \cdot \nabla \psi_{\nu}(\vec{r}) = - \sum_{\mu} V'_{\nu-\mu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}) \quad (41)$$

Dieses Gleichungssystem kann man bereits als Grundgleichung der dynamischen Konstruktionsmethode auffassen, jedoch hat es in der Gestalt der Gl. (41) wenig praktische Bedeutung; zudem muß noch die Frage der Randbedingungen diskutiert werden, d. h. die Frage, ob und wie sich ein einfallender Strahl überhaupt beim Eindringen in das Potentialfeld des Kristalls fortsetzt.

Die wellenmechanischen Grenzbedingungen, die die Erhaltung der Elektronendichte gewährleisten, fordern, daß an der Kristalloberfläche die Wellenfunktion und ihre Ableitung senkrecht zur Grenzfläche stetig sind. Die erste Forderung entspricht der Bedingung, daß die tangentialen Komponenten der Wellenvektoren auf beiden Seiten der Grenzfläche gleich sein müssen. Für die Elektronenbeugung, bei der die senkrechten Komponenten der Wellenvektoren groß gegenüber den Unterschieden zwischen diesen senkrechten Komponenten sind, bewies *Bethe* [1], daß die tangentielle Stetigkeit der Wellenvektoren auch die Stetigkeit der Normalenableitungen einschließt.

Wenn man nur *einen* stark gebeugten Strahl zuläßt (sog. Zweistrahlfall, s. u.), dann ist eine graphische Lösung des Anpassungsproblems mit Hilfe der Konstruktion der im Abschn. 1.3.1. behandelten Dispersionsfläche im  $k$ -Raum, die sich durch Nullsetzen der Koeffizientendeterminante des für den Zweistrahlfall geltenden Gleichungssystems ergibt, leicht möglich. Dieses System läßt sich aus Gl. (41) gewinnen, wenn der Term, der  $\nabla \psi_{\nu}$  enthält, verschwindet, d. h., es wird für die Konstruktion der Dispersionsfläche wieder die (streng genommen unzulässige) Voraussetzung gemacht, daß die  $\psi_{\nu}$  sämtlich Konstanten sind, was nur im Idealkristall erfüllt ist.

Eine solche Konstruktion ist auch im  $n$ -Strahlfall möglich, wo die Dispersionsfläche aus  $n$  Zweigen besteht, die asymptotisch zu den Kugeln vom Radius  $K$  verlaufen, welche um die  $n$  in Reflexionsstellung befindlichen Gitterpunkte gelegt sind. Doch soll hier auf diese Frage nicht näher eingegangen werden. Für das Folgende ist es in diesem Zusammenhang nur wichtig, daß sich zeigen läßt: Es existiert im Kristallinnern ein Strahl, der den einfallenden fortsetzt und die Randbedingungen erfüllt.

Wegen  $|\vec{K}| \approx |\vec{k}_0|$  läßt sich in Gl. (41) für den Klammerausdruck vor  $\psi_{\nu}$  schreiben:

$$K^2 - k_{\nu}^2 \approx k_0^2 - k_{\nu}^2 = (\vec{k}_0 + \vec{k}_{\nu}) \cdot (\vec{k}_0 - \vec{k}_{\nu}) \quad (42)$$

Die unterschiedliche Bedeutung von  $\vec{K}$  und  $\vec{k}_0$  kann man sich folgendermaßen verdeutlichen: Wenn auf die Kristalloberfläche eine Welle trifft, deren Wellenvektor im Außenraum den Betrag  $|\chi| = h^{-1} (2meE)^{1/2}$  hat, dann kann die Wirkung des Kristallpotentials auf die eindringende Welle in zwei Schritte zerlegt werden. Zunächst wird die Welle durch die Wirkung des mittleren inneren Potentials  $V_0$  gebrochen, so daß ihr Wellenvektor nun den Betrag  $|\vec{K}| = [2me(E + V_0)]^{1/2}/h$  (s. Gl. (38)) besitzt. Diese Korrektur entspricht also dem Eindringen der Welle in einen amorphen Körper des Potentials  $V_0$ . Die nunmehr zu berücksichtigende Periodizität des Kristallpotentials bewirkt, daß die Welle, die durch den Vektor  $\vec{K}$  beschrieben wird, infolge von Streuprozessen aufspaltet in die Wellen  $k_0, k_1, k_2, \dots$ , die ihrerseits wieder durch bestimmte Wechselwirkungen miteinander verknüpft sind.

Well die Beträge der  $k_{\nu}$  sich nur durch kleine Größen unterscheiden – gemessen an der Größe der  $k_{\nu}$ -Vektoren –, läßt sich nun setzen:

$$k_0 + k_{\nu} \approx 2k_0 \quad (43)$$

Dagegen ist die Differenz  $k_0 - k_{\nu}$  der Unterschied zwischen dem Betrag des Wellenvektors, der im Kristall der einfallenden Welle entspricht, und dem Betrag des Wellenvektors, der die  $\nu$ -te abgebeugte Welle charakterisiert. Dieser Unterschied wird – wie in der kinematischen Theorie – als Abweichungsparameter oder Anre-

gungsfehler  $s$  bezeichnet, erhält jedoch einen Index, der den betreffenden Strahl dieser Abweichung kennzeichnet:

$$k_0 - k_v = s_v; \quad s_0 = 0 \quad (44 \text{ a,b})$$

Läßt man nun die einfallende Welle auf eine Kristallfolie treffen, deren Oberfläche parallel zu der  $x$ - $y$ -Ebene ist und behandelt man das Beugungsproblem nur in der  $x$ - $z$ -Ebene, also ohne  $y$ -Abhängigkeit (was für die Anwendungen der Kontrasttheorie völlig ausreichend ist), dann kann das in Gl. (41) auftretende Produkt  $\vec{k}_r \nabla \psi_v(\vec{r})$  vereinfacht werden:

$$\vec{k}_r \nabla \psi_v(\vec{r}) = (\vec{k}_{rx} + \vec{k}_{rz}) \left( \frac{\partial \psi_v(\vec{r})}{\partial x} \vec{i} + \frac{\partial \psi_v(\vec{r})}{\partial z} \vec{f} \right) \quad (45)$$

( $\vec{i}, \vec{f}$  Einheitsvektoren in  $x$ - bzw.  $z$ -Richtung).

Die zwischen dem Nullstrahl und den für den Abbildungskontrast wichtigen gebeugten Strahlen bei Elektronen im Hoch- und Höchstspannungsbereich nur geringe Winkelunterschiede bestehen, sind die Näherungen

$$k_{vz} \approx k_v; \quad \frac{k_{vx}}{k_{vz}} \equiv \tan \varepsilon_v \approx \varepsilon_v \quad (46)$$

zulässig. Der Winkel  $\varepsilon$  ist dabei der Richtungsunterschied zwischen  $\vec{k}_v$  und der  $z$ -Achse. Mit den Gln. (42) bis (46) wird aus Gl. (41):

$$2k_0 s_v \psi_v(\vec{r}) + \frac{i}{\pi} k_0 \left( \frac{\partial \psi_v(\vec{r})}{\partial z} + \varepsilon_v \cdot \frac{\partial \psi_v(\vec{r})}{\partial x} \right) = - \sum_{\mu} V'_{v-\mu}(\vec{r}) \psi_{\mu}(\vec{r}) \quad (47)$$

Dieses System partieller Differentialgleichungen läßt sich in ein System von gewöhnlichen überführen, wenn  $\frac{\partial \psi_v(\vec{r})}{\partial x}$  vernachlässigt bzw.  $\varepsilon_v = 0$  gesetzt wird. Eine solche Näherung entspricht der sog. Säulenapproximation [8] und bedeutet physikalisch eine Zerlegung des durchstrahlten Kristalls in gerade Prismen mit der Grundfläche  $dx \cdot dy$  und der Höhe  $t$  ( $t$  Foliendicke), die sämtlich parallel zur  $z$ -Richtung orientiert sind. Dadurch wird es möglich, die auszuführenden Integrationen getrennt für jedes Prisma einzeln vorzunehmen, ohne die Wechselwirkung zwischen Volumenelementen berücksichtigen zu müssen, die in  $x$ - bzw.  $y$ -Richtung benachbart sind. Die Streuprozesse in den einzelnen Prismen werden also als unabhängig voneinander angesehen, und die Veränderlichen  $x$  oder  $y$  werden als Parameter behandelt, nicht mehr als Integrationsveränderliche.

Die Säulenapproximation, die zwar durch die Kleinheit des Winkels  $\varepsilon_v$  und durch die zu erwartende geringe Amplitudenabhängigkeit in  $x$ - bzw.  $y$ -Richtung nahegelegt wird, kann allerdings in stark gestörten Kristallen, wo eine Wechselwirkung zwischen benachbarten Prismen durch bestimmte Verzerrungsfelder nicht mehr vernachlässigbar ist, zu vergrößerten Aussagen führen [21], [22]. Man sollte jedoch selbst dann keine qualitative Änderung der Ergebnisse erwarten.

Somit nimmt das System (47) die Gestalt an:

$$\frac{d\psi_v(z)}{dz} = 2\pi i \left( s_v \psi_v(z) + \sum_{\mu} \frac{V'_{v-\mu}(z)}{2k_0} \psi_{\mu}(z) \right) \quad (48)$$

Wegen Gl. (34) gilt nun

$$\frac{V'_{v-\mu}}{k_0} = \frac{|V'_{v-\mu}| e^{i\Theta_{v-\mu}}}{k_0}$$

Es sollen zunächst die Lösungen für den Spezialfall des Idealkristalls aufgestellt werden, wo also  $\Theta_v(\vec{r}) = \text{const.}$  Für diesen Sonderfall gilt somit auch die Beziehung  $V'_v = \text{const.}$  (49)

Wenn der Kristall ein Symmetriezentrum hat, das mit dem Ursprung des Koordinatensystems zusammenfällt, betragen die Phasenwinkel der Fourier-Koeffizienten entweder 0 oder  $\pi$ , wodurch sich der Exponentialausdruck reduziert auf  $\pm 1$ . Nimmt man das positive Vorzeichen an und berücksichtigt man die in Gl. (32) erfolgte Ausklammerung des Faktors  $\frac{h^2}{2me}$ , dann folgt (mit der Abkürzung  $\frac{h^2}{2me} V'_v \doteq \bar{V}_v$ ) die Beziehung:

$$\frac{V'_{v-\mu}}{k_0} = \frac{2V_v \cdot me}{h^2 k_0}$$

Dieser Ausdruck hat wegen

$$\left[ \frac{V_v \cdot me}{h^2 k_0} \right] = \frac{V \cdot g \cdot A \cdot s}{\text{erg}^2 \cdot \text{s}^2 \text{cm}^{-1}} = \text{cm}^{-1}$$

die Dimension einer reziproken Länge, man setzt daher

$$\frac{V'_{v-\mu}}{k_0} = \frac{1}{t_{v-\mu}} \quad (50)$$

Die Parameter  $t_{v-\mu}$  werden aus weiter unten ersichtlichen Gründen Extinktionslängen genannt und sind ein Maß für die Stärke der jeweiligen Streustrahlen, d. h., schwache Wechselwirkungen (entsprechend kleineren  $V'_{v-\mu}$ ) führen wegen Gl. (50) zu großen Extinktionslängen, starke Wechselwirkungen (entsprechend großen  $V'_{v-\mu}$ ) führen zu kleinen Extinktionslängen. Die  $t_{v-\mu}$  sind also um so kürzer, je dichter die Atome in der betreffenden Richtung gepackt sind und je höher ihre Ordnungszahl ist. Wegen der  $k_0$ -Abhängigkeit in Gl. (50) sind die Extinktionslängen auch mit der Beschleunigungsspannung verknüpft, und zwar wachsen sie proportional zu  $\sqrt{E}$  (bzw. im Fall der Höchstspannungsmikroskopie, wo relativistisch korrigiert werden muß, direkt proportional zu  $E$ ). Das entspricht der Tatsache, daß schnellere Teilchen bei gleichbleibendem Ablenkungspotential weniger stark gebeugt werden. Mit Gl. (50) wird aus Gl. (48)

$$\frac{d\psi_v(z)}{dz} = 2\pi i \left( s_v \psi_v(z) + \sum_{\mu} \frac{1}{2t_{v-\mu}} \psi_{\mu}(z) \right) \quad (51)$$

Diese Beziehung, in der noch alle gebeugten Strahlen berücksichtigt sind, kann in zwei gekoppelte gewöhnliche Differentialgleichungen überführt werden, indem angenommen wird, daß neben dem ungebeugten Strahl  $\psi_0$  nur ein stark gebeugter Strahl  $\psi_g$  auftritt. Die mit Hilfe dieser sog. Zweistrahl-näherung gewonnenen Ergebnisse sind vielfach mit ausreichender Genauigkeit auch auf Situationen anwendbar, in denen mehrere gebeugte Strahlen auftreten. (Eine Diskussion des Gültigkeitsbereichs von Zweistrahl-näherungen mit Betrachtung von Drei- und Mehrstrahlrechnungen erfolgt in Abschn. 3.) Wenn entsprechend dem Zweistrahlfall die Indizes  $v$  und  $\mu$  in Gl. (51) jeweils nur die Werte 0 und  $g$  annehmen, ergeben sich die Gleichungen

$$\frac{d\psi_0}{dz} = 2\pi i \left( s_0 \psi_0 + \frac{1}{2t_{0-g}} \psi_g \right)$$

$$\frac{d\psi_g}{dz} = 2\pi i \left( s_g \psi_g + \frac{1}{2t_{g-0}} \psi_0 \right)$$

Da wegen Gl. (33) und Gl. (50)  $t_0^{-1} = 0$ , erhält man unter Berücksichtigung von Gl. (44b) und der Bezeichnung  $s_g = s$  das einfache Gleichungssystem

$$\frac{d\psi_0}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} \psi_g \quad (52a)$$

$$\frac{d\psi_g}{dz} = 2\pi i s \psi_g + \frac{\pi i}{t_g} \psi_0 \quad (52b)$$

Dabei wurde noch benutzt, daß

$$t_{-v} = t_v \quad (53)$$

was für Kristalle mit Symmetriezentrum im Ursprung (wie es bereits oben vorausgesetzt wurde) aus der Forderung folgt, daß die potentielle Energie reell sein muß, d. h.,  $V(\vec{r}) = V^*(\vec{r})$ .

Dies bedeutet für die Koeffizienten der Entwicklung:

$$V'_v = V^*_{-v}.$$

Bei Anwesenheit eines Symmetriezentrums im Ursprung, wo also  $V(\vec{r}) = V(-\vec{r})$ , folgt dann  $V'_v = V'_{-v} = V^*_v$ , woraus sich wegen Gl. (50) die Beziehung (53) ergibt. Das Differentialgleichungssystem (52) soll nun, abweichend von Abschn. 1.2., direkt mit dem Ansatz

$$\psi_0 = u e^{\lambda z}; \quad \psi_g = v e^{\lambda z}$$

gelöst werden, der für  $\lambda$  zu der charakteristischen Gleichung

$$\begin{vmatrix} \lambda & -\frac{\pi i}{t_g} \\ -\frac{\pi i}{t_g} & \lambda - 2\pi i s \end{vmatrix} = 0$$

führt, d. h.

$$\lambda_{1,2} = \pi i s \pm \pi \sqrt{-t_g^{-2} - s^2} = \pi i (s \pm \sigma) \quad \text{mit} \quad \sigma = t_g^{-1} \sqrt{1 + (st_g)^2} \quad (54)$$

Da die  $u_v$  wegen  $u_v = \frac{\pi i}{t_g} \frac{v_v}{\lambda_v}$  durch die  $v_v$  ersetzt werden können, erhält man als allgemeine Lösung des Systems (52):

$$\begin{aligned} \psi_0 &= [t_g(s + \sigma)]^{-1} v_1 e^{\pi i (s + \sigma) z} + [t_g(s - \sigma)]^{-1} v_2 e^{\pi i (s - \sigma) z} \\ \psi_g &= v_1 e^{\pi i (s + \sigma) z} + v_2 e^{\pi i (s - \sigma) z} \end{aligned} \quad (55)$$

Wählt man nun wieder die Randbedingungen so, daß an der Eintrittsstelle ( $z = 0$ ) die Amplitude der durchgehenden Welle den Wert  $\psi_0 = 1$  und die der gebeugten Welle den Wert  $\psi_g = 0$  hat, dann ergeben sich für die  $v_v$  die Werte

$$v_{1,2} = \pm (2t_g\sigma)^{-1},$$

und man erhält die bereits auf wellenoptischem Weg abgeleiteten Lösungen

$$\begin{aligned} \psi_0(z) &= \left[ \cos(\pi\sigma z) - i \frac{\sigma}{s} \sin(\pi\sigma z) \right] e^{\pi i s z} \\ \psi_g(z) &= \frac{i}{\sigma t_g} s \cdot \sin(\pi\sigma z) e^{\pi i s z}. \end{aligned} \quad (56)$$

(Beim Vergleich von Gl. (56) mit den Gln. (19) u. (20) beachte man, daß  $\sin \beta = (1 + \cot^2 \beta)^{-1/2} = (1 + t_g^2 s^2)^{-1/2}$ .)

Für die dynamisch gestreute Intensität erhält man somit

$$I_g I_0^* = I_g = \frac{\sin^2 \pi \sigma z}{\sigma^2 t_g^2}$$

mit der Tiefenperiodizität  $1/\sigma$ .

Bei exakter Bragg-Lage, d. h.  $s = 0$ , gilt also  $1/\sigma = t_g$ , damit wird die Bezeichnung von  $t_g$  verständlich. Die Extinktionslänge ist demnach gleich der doppelten Entfernung, die der einfallende Strahl zurücklegen muß, bis seine gesamte Intensität in den abgebeugten Strahl hineingestreut worden ist, falls sich die mit dem Symbol  $g$  gekennzeichnete Netzebenenchar in genauer Bragg-Orientierung befindet; d. h., sie ist die doppelte »Auslöschung«-Länge.

Da aus Gl. (56) für die Intensität des einfallenden Strahls in Bragg-Lage folgt

$$I_0 I_0^* = I_0 = \cos^2 \frac{\pi z}{t_0}$$

erhält man bei  $s = 0$ :

$$I_0 = 1 - I_g.$$

Die beiden Intensitäten sind also komplementär, und die Energie pendelt zwischen ungebeugter und gebeugter Welle. Dies entspricht der sog. Ewaldschen »Pendel«-Lösung.

Im Fall großer Abweichung von der Bragg-Lage (und somit Erfüllung kinematischer Bedingungen), d. h.  $st_g \gg 1$ , folgt aus Gl. (54):

$$\frac{1}{\sigma} \approx \frac{1}{s}$$

Es stellt sich dann die aus der kinematischen Theorie folgende Tiefenperiodizität ein. Der Gl. (56) läßt sich weiterhin entnehmen, daß die Intensitäten von ungebeugter und gebeugter Welle in komplementärer Weise oszillieren, wenn sich die Orientierung der Folie oder ihre Dicke örtlich ändern. Die dadurch entstehenden Kontrasterscheinungen heißen im ersten Fall Biegungs- oder Extinktionskonturen, anderenfalls Streifen gleicher Dicke.

#### Gestörter Kristall

Der durch Gl. (49) gekennzeichnete Spezialfall wird nun verlassen, und es werden die Lösungen von Gl. (48) für den gestörten Kristall untersucht.

Die Wirkung von Gitterstörungen auf die Streuprozesse ist mathematisch erfaßbar, indem die mit dem jeweiligen Gitterfehler verbundene Änderung der Potentialverhältnisse in die Rechnung einbezogen wird. Setzt man voraus, daß die Wechselwirkung der Elektronenwellen mit den Gitterbausteinen nur in der unmittelbaren Umgebung der Kerne stattfindet, dann gilt

$$V(\vec{r})_{\text{deformiert}} = V(\vec{r} - \vec{R}(\vec{r}))_{\text{undeformiert}}, \quad (57)$$

wobei  $\vec{R}(\vec{r})$  das Verschiebungsfeld des Gitterfehlers ist.

Damit folgt

$$\sum_{\vec{r}} |V'_g| e^{i\theta_{g_r}} e^{2\pi i \vec{g}_r \cdot \vec{r}} \rightarrow \sum_{\vec{r}} |V'_g| e^{i\theta_{g_r}} e^{2\pi i \vec{g}_r \cdot (\vec{r} - \vec{R}(\vec{r}))} \equiv \sum_{\vec{r}} |V'_g| e^{i(\theta_{g_r} - 2\pi \vec{g}_r \cdot \vec{R}(\vec{r}))} e^{2\pi i \vec{g}_r \cdot \vec{r}}$$

Die Phasenwinkel der Fourier-Koeffizienten im deformierten Gitter findet man also durch eine Transformation der Exponentialfaktoren der Fourier-Entwicklung im

idealen Gitter. Somit können die im vorigen Abschnitt für ungestörte Kristalle abgeleiteten Beziehungen auch für gestörte Kristalle verwendet werden, wenn an die Stelle der Fourier-Koeffizienten  $V'_g$  die Ausdrücke  $V'_g e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})}$  treten, wobei der Term

$$2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r}) \equiv \alpha \quad (58)$$

als die vom Kristallbaufehler am Ort  $\vec{r}$  hervorgerufene Phasenverschiebung (bei Anregung der Reflexion  $\nu \equiv h, k, l$ ) angesehen werden kann. Damit ergibt sich aus den Gl. (52) u. (50):

$$\frac{d\psi_0}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} \psi_g e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})} \quad (59 a)$$

$$\frac{d\psi_g}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} \psi_0 e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})} + 2\pi i s \psi_g \quad (59 b)$$

Das positive Vorzeichen im Exponenten von Gl. (59a) folgt daraus, daß ursprünglich  $t_{-g}$  anstelle von  $t_g$  auftrat, was wegen Gl. (53) durch  $t_g$  ersetzt wurde. Dies ist zwar nach wie vor gültig, aber wegen  $1/t_{-g} = (1/k_0) V'_{-g}$  (s. Gl. (50)) muß dieser Fourier-Koeffizient nunmehr mit dem Faktor  $e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})}$  multipliziert werden, und da  $\vec{g}_{-g} \equiv \vec{g}_{-h, -k, -l} = -\vec{g}_{h, k, l} \equiv -\vec{g}$ , folgt Gl. (59a).

#### Beschreibung von Absorptionseffekten

Bisher wurde stets vorausgesetzt, daß die Elektronen rein elastisch gestreut werden. Man beobachtet jedoch, zumal an dickeren Kristallfolien, daß die Beugungsreflexe nicht scharf, sondern diffus erscheinen, und daß gleichzeitig eine Hintergrundintensität auftritt. Dies läßt sich zurückführen auf inelastische Streuprozesse, d. h., neben der elastischen Streuung, bei der die Energieübertragung zwischen Elektron und Kristall vernachlässigbar ist, findet eine Streuung der Elektronen unter Wechselwirkung mit den Gitterbausteinen statt, wobei Einzelelektronen der Gitteratome angeregt oder Plasmonen und Phononen erzeugt werden können, je nachdem, ob sich die Wechselwirkung auf Hülle oder Kern des Kristallatoms erstreckt. Durch nachfolgende Bragg-Reflexion dieser unelastisch gestreuten Elektronen werden dann in dickeren Kristallfolien Kikuchi-Linien erzeugt. Setzt man, wie es bei der Behandlung von Absorptionserscheinungen üblich ist, voraus, daß ein gleichförmiges Absorptionspotential  $\kappa$  existiert, welches den durch inelastische Streuung hervorgerufenen Intensitätsverlust der einzelnen Strahlen dadurch beschreibt, daß deren Amplituden jeweils mit dem Faktor  $e^{-\kappa z}$  multipliziert werden, dann erfolgt eine mit der Tiefe stärker werdende Abnahme der Amplituden, von der sämtliche Bloch-Wellen der Zerlegung (35) in gleichem Maß betroffen sind. Demzufolge müßten auch die Streifen gleicher Dicke in einer keilförmigen Kristallfolie in ihrer Intensität mit wachsender Keildicke  $t$  wie  $e^{-2\kappa t}$  abnehmen, wogegen die deutliche Sichtbarkeit der Streifen (gemessen als Quotient aus Differenz und Summe benachbarter Intensitätsextrema) nicht dickenabhängig sein sollte, d. h., durch die Wirkung der gleichförmigen, nichtselektiven Absorption sollten alle Intensitäten in dicken Kristallbereichen gleichmäßig gesenkt werden.

Tatsächlich aber zeigt es sich, daß die Streifenerkennbarkeit mit zunehmender Dicke stark abnimmt (im allgemeinen lassen sich höchstens vier bis fünf aufeinanderfolgende Streifen erkennen), obwohl diese Bereiche noch gut durchstrahlbar sind.

Eine andere Erscheinung, die ebenfalls nicht mit Hilfe der nichtselektiven Absorption erklärt werden kann, ist die in den Hellfeldintensitäten von Extinktionskonturen

niedriger Ordnung auftretende Asymmetrie. Während die entsprechenden Intensitätsprofile im Hellfeld asymmetrisch verlaufen, ist das Dunkelfeldbild vollkommen symmetrisch.

Die Deutung solcher Kontrastphänomene erfolgt durch die Annahme einer zusätzlich zur nichtselektiven (also normalen) Absorption auftretenden selektiven Absorption, denn das oben beschriebene Kontrastverhalten an Streifen gleicher Dicke und an Extinktionskonturen wird erklärbar, wenn man eine unterschiedlich starke Absorption der verschiedenen Bloch-Wellen voraussetzt. Die Existenz der selektiven Absorption, die auch *anomale Absorption* genannt wird, läßt sich theoretisch begründen: Die Konstruktion der für den Zweistrahlfall im Idealkristall gültigen Dispersionsfläche (s. Abschn. 1.3.1.) zeigt, daß entsprechend den zwei Schalen dieser Fläche jeweils zwei mögliche Wellenvektoren für den ungebeugten und den gebeugten Strahl existieren. Die Maxima der Welle, die durch Überlagerung der zum ersten Zweig der Dispersionsfläche gehörenden Wellenvektoren entstehen, liegen zwischen den Atomebenen, während die Maxima der anderen Welle in den Atomebenen selbst lokalisiert sind. Da für letztere eine größere Wechselwirkung mit den Kristallatomen zu erwarten ist, werden beide Wellen unterschiedlich stark absorbiert. Diese selektive Absorption, die auch der Deutung des Channelling-Effekts [23], [24] zugrunde liegt, wird in der elektronenmikroskopischen Kontrasttheorie dadurch berücksichtigt, daß die Extinktionslänge als komplexe Größe angesetzt wird. Diese mehr oder weniger phänomenologische Beschreibungsweise geht auf eine Arbeit von Yoshioka [25] zurück, der formell auf quantenmechanischem Weg zeigen konnte, daß sich die Wirkungen der inelastischen Streuprozesse durch Hinzufügen einer imaginären Größe zum Gitterpotential (entsprechend dem komplexen Brechungsindex bei der Absorption elektromagnetischer Wellen) gut beschreiben lassen. Die anomale Absorption wurde zuerst an Röntgenstrahlen beobachtet und gedeutet (Borrmann [26], v. Laue [27]) und erst wesentlich später an Elektronenwellen (Honjo u. Mihama [28]). Die heute übliche phänomenologische Behandlungsweise folgt den Arbeiten von Hashimoto u. a. [29], [30], eine strengere mathematische Formulierung findet sich bei Howie [31].

#### Howie-Whelansche Gleichungen

Nach obigem hat man also die Wirkung der inelastischen Streuung für den Zweistrahlfall so zu beschreiben, daß erstens die ungebeugte und die gebeugte Welle mit dem Faktor  $e^{-\kappa z}$  multipliziert werden, wodurch die nichtselektive Absorption erfaßt wird, und daß zweitens zur Berücksichtigung der selektiven Absorption die Extinktionslänge einen Imaginärteil erhält, d. h., man setzt

$$\frac{1}{t_g} \rightarrow \frac{1}{t_g} + \frac{i}{t'_g} \quad (60)$$

Wenn nun der übersichtlicheren Schreibweise wegen noch eine Größe  $t'$  durch die Beziehung  $\kappa = \frac{\pi}{t'}$  definiert wird, dann ergibt sich somit durch die Transformation

$$\psi_0 = \psi'_0 e^{\kappa z}; \quad \psi_g = \psi'_g e^{i t' z} \quad (61)$$

aus den Gl. (59) unter Berücksichtigung von Gl. (60) ein System, das die beiden unterschiedlichen Wirkungen der inelastischen Streuung berücksichtigt:

$$\begin{aligned} \frac{d\psi'_0}{dz} &= \pi \left( \frac{i}{t_g} - \frac{1}{t'_g} \right) \psi'_g e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})} - \frac{\pi}{t'} \psi'_0 \\ \frac{d\psi'_g}{dz} &= \left( 2\pi i s - \frac{\pi}{t'} \right) \psi'_g + \pi \left( \frac{i}{t_g} - \frac{1}{t'_g} \right) \psi'_0 e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})} \end{aligned} \quad (62)$$

Die Striche an den Symbolen von gebeugter und ungebeugter Welle, die lediglich zur Kennzeichnung der Transformation (61) dienen, können weggelassen, wenn dann unter  $\psi_0$  und  $\psi_g$  die von der inelastischen Streuung geschwächten Amplituden verstanden werden.

Werte für die Größe der Absorptionskoeffizienten  $t'$  und  $t'_g$  ( $t'$  wird auch als Absorptionslänge bezeichnet) wurden von Hashimoto [32] sowie von Metherell u. Whelan [33] unter Verwendung experimentell ermittelter Extinktionskonturen bestimmt. Berechnungen des Verhältnisses  $t'_g/t_g$  unter Berücksichtigung der Phononenstreuung und der Streuung von Einzelelektronen und Plasmonen finden sich bei Humphreys u. Hirsch [34] für 100-kV-Elektronen in Abhängigkeit vom Beugungsvektor und der Kristalltemperatur. Gewöhnlich nimmt man bei Kontrastrechnungen von Metallen an, daß  $t' = t'_g \approx 10 t_g$ , was im allgemeinen zu brauchbaren Resultaten führt. Mitunter ist jedoch eine genauere Abschätzung dieser Größen erforderlich (s. [34] u. [35]).

Es sei noch bemerkt, daß es eigentlich überraschend ist, wie gut die dynamischen Gleichungen bereits ohne Anpassung an Absorptionserscheinungen wichtige Kontrasteffekte beschreiben, zumal in dickeren Folien nahezu alle zur Bildentstehung beitragenden Elektronen inelastisch gestreute Elektronen sind, die die Objektivapertur passieren konnten. Im Zusammenhang damit zeigte Howie [31], daß die Stärke der dynamischen Theorie auf der Existenz eines Mechanismus beruht, durch den die Information über den Kontrast auch nach inelastischer Streuung bewahrt wird. Dies wurde durch Cundy u. a. [36] mit Hilfe eines energiedispersiven Elektronenmikroskops und dem dadurch möglichen Vergleich zwischen den Bildern elastisch und inelastisch gestreuter Elektronen bestätigt.

Das System (62) kann noch vereinfacht werden durch die Transformation

$$\psi'_0 = \Phi_0; \quad \psi'_g = \Phi_g e^{-2\pi i \vec{g} \vec{R}(\vec{r})} \quad (63)$$

Da nur die Intensitäten interessieren, also

$|\psi'_0|^2$  und  $|\psi'_g|^2$  bzw.  $|\Phi_0|^2$  und  $|\Phi_g|^2$  und diese durch die Transformation (63) ungeändert bleiben, sind die Beziehungen (62) und (64) einander gleichwertig, und es braucht zwischen den  $\psi'_v$  und den  $\Phi_v$  nicht unterschieden zu werden. Aus den Gln. (62) u. (63) ergeben sich somit die auch als *Howie-Whelansche Gleichungen* bezeichneten Beziehungen

$$\frac{d\Phi_0}{dz} = -\frac{\pi i}{t'} \Phi_0 + \pi \left( \frac{i}{t_g} - \frac{1}{t'_g} \right) \Phi_g \quad (64a)$$

$$\frac{d\Phi_g}{dz} = \pi \left( \frac{i}{t_g} - \frac{1}{t'_g} \right) \Phi_0 + \left\{ 2\pi i \left[ s + \frac{d}{dz} (\vec{g} \vec{R}(\vec{r})) \right] - \frac{\pi}{t'} \right\} \Phi_g \quad (64b)$$

In dieser Gestalt werden die dynamischen Gleichungen des Zweistrahlfalls i. allg. für numerische Auswertungen, speziell bei Versetzungen, verwendet, da Gl. (64) im Gegensatz zu Gl. (62) keine Exponentialfunktionen enthält, und außerdem die Verschiebungsfunktion  $\vec{R}(\vec{r})$  in Gestalt ihrer Ableitung auftritt, was häufig einfacher zu behandeln ist. Gleichung (64b) zeigt außerdem anschaulich, daß die Wirkung des Gitterfehlers – entsprechend einer ortsabhängigen Verschiebung und damit einer Verbiegung der Netzebenen – in einer ortsabhängigen Änderung des effektiven Abweichungsparameters besteht.

### 1.3.3. Methode der Transmissionsmatrizen

Für die Behandlung der Kontrastercheinungen an planaren Defekten ist wegen der einfachen Geometrie dieser Baufehler ein Verfahren zweckmäßig, das auf der Aufstellung und der sukzessiven Multiplikation von bestimmten Transmissionsmatrizen beruht, die jeweils für die von den verschiedenen Planardefekten begrenzten Kristallbereiche gelten. Die Methode geht im wesentlichen zurück auf Arbeiten von Gevers u. Mitarb. [16], [21], [37] bis [40].

Um zur allgemeinen Form der Transmissionsmatrix für den ungestörten Kristall zu gelangen, ist vom Gleichungssystem (52) auszugehen, das unter den Randbedingungen (13) die Lösung (56) hat. Bezeichnet man die Amplituden von durchgehender und gebeugter Welle mit  $A_0$  bzw.  $A_g$ , dann folgt aus Gl. (56)

$$A_0^I = \cos(\pi s z) - i \frac{s}{\sigma} \sin(\pi s z) \quad (65)$$

$$A_g^I = \frac{i}{\sigma t_g} \sin(\pi s z)$$

Der obere Index soll kennzeichnen, daß diese Beziehungen für die zuerst eingeführten Randbedingungen (13) gelten. Im umgekehrten Fall, wo also die Randbedingungen lauten

$$\psi_0(0) = 0 \quad (66)$$

$$\psi_g(0) = 1,$$

erhält man aus Gl. (55) für die  $v$ ,

$$v_{1,2} = \frac{\sigma \pm s}{2\sigma}$$

und hat somit die Amplituden

$$A_0^II = \frac{i}{\sigma t_g} \sin(\pi s z) \quad (67)$$

$$A_g^II = \cos(\pi s z) + i \frac{s}{\sigma} \sin(\pi s z)$$

Dabei wird erkennbar, daß die Gln. (67) aus Gln. (65) hervorgehen, indem die unteren Indizes vertauscht werden und der Abweichungsparameter  $s$  sein Vorzeichen wechselt, d. h.

$$A_0^II(z, s) = A_g^I(z, -s) \quad (68a)$$

$$A_g^II(z, s) = A_0^I(z, -s) \quad (68b)$$

In Gl. (68a) hat der Vorzeichenwechsel von  $s$  lediglich formelle Bedeutung, da  $s$  in den Ausdrücken für  $A_0^II$  und  $A_g^I$  wegen der Beziehung (54) quadratisch auftritt.)

Die Amplituden im Fall beliebiger Randbedingungen lassen sich nun unter Benutzung der Gln. (65), (67) u. (68) durch Darstellung in Matrixform sofort angeben:

$$\begin{pmatrix} A_0 \\ A_g \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_0^I(z, s) & A_g^I(z, -s) \\ A_g^II(z, s) & A_0^II(z, -s) \end{pmatrix} \begin{pmatrix} R_0 \\ R_g \end{pmatrix} \quad (69)$$

Dabei repräsentiert die Spaltenmatrix  $\begin{pmatrix} R_0 \\ R_g \end{pmatrix}$  jeweils die Randbedingungen, die dann zu den entsprechenden Lösungen  $\begin{pmatrix} A_0 \\ A_g \end{pmatrix}$  führen. Setzt man in Gl. (69) speziell

die Randbedingungen (13) oder (66) ein, so ergeben sich wieder die Sonderfälle (65) bzw. (67). Die Matrix

$$\mathfrak{A}(z, s) = \begin{pmatrix} A_0^I(z, s) & A_g^I(z, -s) \\ A_g^I(z, s) & A_0^I(z, -s) \end{pmatrix} \quad (70)$$

beschreibt somit die Wirkung, die ein Kristall der Dicke  $z$  auf die Amplituden der beiden Wellen ausübt, die ihn in Einstrahlungs- bzw. Beugungsrichtung durchdringen.  $\mathfrak{A}(z, s)$  wird daher *Transmissionsmatrix* genannt.

Indem die Spaltenmatrix, die die jeweiligen Randbedingungen an der Eintrittsstelle angibt, von links mit  $\mathfrak{A}(z, s)$  multipliziert wird, ergeben sich also unmittelbar die Amplituden der in der Tiefe  $z$  austretenden Wellen.

Zur Berücksichtigung der anomalen Absorption wird analog zu Gl. (60)  $\sigma$  komplex angesetzt:

$$\sigma = \sigma_r + i\sigma_i \quad (71)$$

wobei wegen der Gln. (60) u. (54) die Näherung

$$\sigma_r = t_g^{-1} \sqrt{1 + (st_g)^2}; \quad \sigma_i = (t_g' \sqrt{1 + (st_g)^2})^{-1} \quad (72)$$

gemacht wird. Als weitere Vereinfachung bietet sich noch die Vernachlässigung des Imaginärteils von  $\sigma$  in den Koeffizienten der Gln. (65) u. (67) an. Um die Transmissionsmatrix (70) auf den Fall gestörter Kristalle anwenden zu können, muß noch, entsprechend Gl. (57), das Verschiebungsfeld  $\vec{R}(\vec{r})$  des jeweiligen Gitterdefekts in den Elementen der Matrix berücksichtigt werden, d. h., es ist von den Gln. (62)

bzw. (64) auszugehen. Da für einen Stapelfehler das Verschiebungsfeld  $\vec{R}(\vec{r})$  konstant ist, gehen in diesem Fall die Gln. (64) in das für den perfekten Kristall geltende Gleichungssystem über, was dazu führt, daß die Anwesenheit eines Stapelfehlers nur eine Phasenverschiebung, keine Größenänderung der Amplituden bewirkt. Dagegen ist bei einer Zwillingsgrenze und – allgemeiner – bei einer Domänengrenze das Verschiebungsfeld linear abhängig von  $r$ , so daß der in Gl. (64b) auftretende Wert des Abweichungsparameters sich effektiv um die Konstante  $\frac{d}{dz} \vec{g} \cdot \vec{R}(\vec{r})$  erhöht, d. h. eine solche Grenze wird rechnerisch erfaßt, indem der jenseits der Grenzfläche liegende Kristallbereich durch einen entsprechend geänderten  $s$ -Wert beschrieben wird.

Die allgemeine Transmissionsmatrix für einen Kristall, der eine beliebige innere ebene Grenzfläche enthält, läßt sich durch folgende Betrachtung sofort angeben:

Die Grenzfläche zerlegt den Kristall in zwei Bereiche, von denen der zweite gegenüber dem ersten entweder parallel verschoben ist (Stapelfehler) und/oder eine Orientierungsänderung erfahren hat (Domänen- bzw. Zwillingsgrenze), wobei  $s_1$  und  $s_2$  die entsprechenden Abweichungsparameter seien. Für den ersten Kristallbereich gilt demnach die Transmissionsmatrix  $\mathfrak{A}(z_1, s_1)$ , wobei  $z_1$  für jedes Prisma der Säulenapproximation die jeweilige Tiefe der im allgemeinen schrägliegenden Grenzfläche angibt. Ist diese parallel zur Folienebene orientiert, gilt  $z_1 = \text{const.}$  Nachdem die Strahlen den ersten Teil durchlaufen haben, treffen sie auf den zweiten Kristallbereich, für den die Transmissionsmatrix

$$\mathfrak{A} = \begin{pmatrix} A_{11} & A_{12} \\ A_{21} & A_{22} \end{pmatrix} \quad (73)$$

gelten möge, deren Elemente  $A_{ik}$  zu bestimmen sind. Das ist durch Berücksichtigung der für den gestörten Kristall geltenden Differentialgleichungssysteme möglich.

Durch die Transformation

$$\psi_0 = A_0 e^{i\sigma z}; \quad \psi_g = A_g e^{\pi i s z}$$

nimmt das System (52) die symmetrische Gestalt

$$\frac{dA_0}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} A_g - \pi i s A_0$$

$$\frac{dA_g}{dz} = \frac{\pi i}{t_g} A_0 + \pi i s A_g$$

an, die mit dem Verschiebungsfeld  $\vec{R}(\vec{r})$  eines Kristallbaufehlers übergeht in

$$\frac{dA_0}{dz} + \pi i s A_0 = \frac{\pi i}{t_g} A_g e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}}$$

$$\frac{dA_g}{dz} - \pi i s A_g = \frac{\pi i}{t_g} A_0 e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}} \quad (74)$$

Dieses System reduziert sich aber auf das für den perfekten Kristall geltende Differentialgleichungssystem bei Anwendung der Transformation

$$A_0 = A_0'; \quad A_g = A_g' e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}} \quad (75)$$

so daß sich als Lösungen für die Anfangswerte

$$\begin{pmatrix} A_0' \\ A_g' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (76)$$

wieder die Beziehungen (65) ergeben, d. h.

$$\begin{aligned} A_0' &= A_0'(s_1, s_2) \\ A_g' &= A_g'(s_1, s_2) \end{aligned} \quad (77)$$

wobei  $s_2$  die Tiefe angibt, in der die Strahlen aus dem zweiten Kristallbereich austreten. Indem man die Gln. (77) in Gl. (75) einsetzt, ergibt sich

$$\begin{aligned} A_0 &= A_0'(s_1, s_2) \\ A_g &= A_g'(s_1, s_2) e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}} \end{aligned} \quad (78)$$

Da unter den Randbedingungen (76) die Elemente der zweiten Spalte von Gl. (73) verschwinden, stellen die Beziehungen (78) somit die Elemente der ersten Spalte der gesuchten Matrix (73) dar. Analog dazu ergeben sich unter den Randbedingungen

$\begin{pmatrix} A_0' \\ A_g' \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \end{pmatrix}$  bei Berücksichtigung der Gln. (67), (68) u. (75) die Elemente  $A_{12}$  und  $A_{22}$ , und man erhält als Transmissionsmatrix für den zweiten Kristallbereich

$$\mathfrak{A} = \begin{pmatrix} A_0'(s_1, s_2) & A_g'(z_2, -s_2) e^{2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}} \\ A_g'(s_1, s_2) e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}} & A_0'(z_2, -s_2) \end{pmatrix} \quad (79)$$

Diese Matrix läßt sich auffassen als Produkt dreier Matrizen, von denen die mittlere eine der Transmissionsmatrix des ungestörten Kristalls entsprechende Gestalt hat (s. Gl. (70)) und lediglich den Orientierungsunterschied zum ersten Kristallbereich durch den in ihren Elementen auftretenden Abweichungsparameter  $s_2 \neq s_1$  berücksichtigt, während die beiden äußeren Matrizen die durch die Anwesenheit der Grenz-

fläche hervorgerufene Phasenverschiebung  $\alpha \equiv 2\pi \vec{g} \vec{R}$  repräsentieren:

$$\mathfrak{A} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{-i\alpha} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{0,2} & \bar{A}_{g,2} \\ A_{g,2} & \bar{A}_{0,2} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{i\alpha} \end{pmatrix} \quad (79)$$

wobei die Abkürzungen

$$A_{0,2} = A_0^I(z_2, s_2) \quad \bar{A}_{g,2} = A_g^I(z_2, s_2) \quad (80)$$

$$\bar{A}_{0,2} = A_0^I(z_2, -s_2) \quad \bar{A}_{g,2} = A_g^I(z_2, -s_2)$$

verwendet wurden. Wegen Gl. (70) läßt sich die mittlere Matrix der rechten Seite von Gl. (79) auch schreiben als  $\mathfrak{A}(z_2, s_2)$ , und man kann ganz allgemein abkürzen:

$$\mathfrak{A}_P \equiv \begin{pmatrix} A_{0,p} & \bar{A}_{g,p} \\ A_{g,p} & \bar{A}_{0,p} \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} A_0^I(z_p, s_p) & A_g^I(z_p, -s_p) \\ A_g^I(z_p, s_p) & A_0^I(z_p, -s_p) \end{pmatrix}$$

Setzt man weiterhin

$$\Phi(\alpha) \equiv \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{i\alpha} \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{2\pi i \vec{g} \vec{R}} \end{pmatrix}$$

dann können schließlich die aus dem zweiten Kristall austretenden Amplituden beschrieben werden durch

$$\begin{pmatrix} A_0 \\ A_g \end{pmatrix} = \Phi(-\alpha) \mathfrak{A}_2 \Phi(\alpha) \mathfrak{A}_1 \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (81)$$

Diese Beziehung läßt sich auf den Fall beliebig vieler übereinander liegender innerer Grenzflächen ausdehnen, indem die entsprechenden  $\Phi$ - und  $\mathfrak{A}$ -Matrizen analog zu Gl. (81) fortlaufend multiplikativ miteinander verknüpft werden, wobei darauf zu achten ist, daß sich die in den  $\Phi$ -Matrizen auftretenden Phasenwinkel stets auf den ersten Kristallbereich beziehen. Da infolge der Tiefenperiodizität der Amplituden von durchgehender und gebeugter Welle bestimmte Streifenkontraste bei Anwesenheit schrägliegender planarer Defekte zu erwarten sind, kommt es nun darauf an, mit Hilfe der Beziehung (81) explizit den Intensitätsverlauf im Hell- und Dunkelfeldbild solcher Kristallbaufehler anzugeben, um aus den Eigenschaften dieser Kontrastprofile Unterscheidungsmöglichkeiten für die verschiedenen Planardefekte abzuleiten und Informationen über Geometrie und Charakter des betreffenden Baufehlers zu gewinnen. Die analytischen Ausdrücke für den Intensitätsverlauf werden im allgemeinen verhältnismäßig umfangreich, da Gl. (81) nur Beziehungen für die Amplituden, nicht für die Intensitäten liefert und daher die Beziehungen für  $A_0$  und  $A_g$  noch mit den entsprechenden konjugiert komplexen Größen multipliziert werden müssen, was zusätzlich dadurch kompliziert wird, daß  $\sigma$  wegen Gl. (71) und Gl. (72) komplex ist [41]. Allerdings lassen sich die Symmetrieeigenschaften von bestimmten Streifenprofilen schon unmittelbar aus Gl. (81) ableiten. Für den Fall, daß z. B. nur ein einfacher Stapelfehler vorliegt, folgt durch Ausmultiplizieren von Gl. (81):

$$A_0 = A_{0,1} A_{0,2} + A_{g,1} \bar{A}_{g,2} e^{i\alpha} \quad (82a)$$

$$A_g = A_{0,1} \bar{A}_{g,2} e^{-i\alpha} + A_{g,1} \bar{A}_{0,2}, \quad (82b)$$

mit  $s_1 = s_2 = s$ .

Da sich der Ausdruck für  $A_0$  nicht ändert, wenn die Zahlen 1 und 2 in den Indizes miteinander vertauscht werden, was aus den Gln. (81) u. (65) in Verbindung mit Gl. (54) folgt, zeigt somit Gl. (82a) schon, daß das Hellfeldbild eines Stapelfehlers symmetrisch bezüglich der Mitte des Streifenprofils sein muß. Dagegen ergibt sich aus Gl. (82b) bei derselben Betrachtungsweise, daß das Dunkelfeldbild nicht symmetrisch sein kann.

- [1] *Hehe, H.*: Ann. Physik 87 (1928), S. 55  
 [2] *Kwald, P. P.*: Ann. Physik 54 (1917), S. 519  
 [3] *Darwin, C. G.*: Phil. Mag. 27 (1914), S. 315  
 [4] *Darwin, C. G.*: Phil. Mag. 27 (1914), S. 675  
 [5] *Laue, M.*: Erg. Exakt. Naturwiss. 10 (1931), S. 133  
 [6] *Kohler, M.*: Berliner Sitzungsber. (1935), S. 334  
 [7] *Howie, A., u. M. J. Whelan*: Proc. Europ. Reg. Conf. on Electron Microscopy, Bd. I, Delft 1960, S. 194  
 [8] *Howie, A., u. M. J. Whelan*: Proc. Roy. Soc. A 263 (1961), S. 217  
 [9] *Kato, M.*: Acta cryst. 16 (1936), S. 276  
 [10] *MacGillivray, C. H.*: Physica 7 (1940), S. 329  
 [11] *Kossel, W., u. G. Möllenstedt*: Ann. Physik 36 (1939), S. 113  
 [12] *Heidenreich, R. D.*: J. Appl. Phys. 20 (1949), S. 993  
 [13] *Howie, A., u. M. J. Whelan*: Proc. Roy. Soc. A 267 (1962), S. 206  
 [14] *Hirsch, P. B.*: u. a.: Electron Microscopy of Thin Crystals. Butterworths, London 1965  
 [15] *Amelinckx, S.*, The Direct Observation of Dislocations. Solid State Physics, Suppl. 6. Academic Press, New York/London 1964  
 [16] *Gevers, R.*: Phys. stat. sol. 3 (1963), S. 415  
 [17] *Wilkens, M.*: Phys. stat. sol. 5 (1964), S. 175  
 [18] *Amelinckx, S. (e d.)*: Modern Diffraction and Imaging Technique in Material Science. Proc. Intern. Summer Course, Antwerpen 1969, Amsterdam 1970  
 [19] *Fujitara, K.*: J. Phys. Soc. Jap. 16 (1961), S. 2226  
 [20] *Fujitara, K.*: J. Phys. Soc. Jap. 17 (1962) Suppl. II, S. 418  
 [21] *Gevers, R.*: Phys. stat. sol. 3 (1963), S. 1672  
 [22] *Howie, A., u. Z. S. Basinski*: Phil. Mag. 17 (1968), S. 1039  
 [23] *Howie, A.*: Phil. Mag. 14 (1966), S. 223  
 [24] *Hirsch, P. B., u. C. J. Humphreys*: Proc. 3rd Amer. Scanning Electron Microscopy Symp., Chicago 1970  
 [25] *Yoshioka, H.*: J. Phys. Soc. Jap. 12 (1957), S. 618  
 [26] *Barrmann, G.*: Phys. Z. 42 (1941), S. 157  
 [27] *Laue, M.*: Acta Cryst. 2 (1949), S. 106  
 [28] *Honjo, G., u. K. Mihama*: J. Phys. Soc. Jap. 9 (1954), S. 184  
 [29] *Hashimoto, H., A. Howie u. M. J. Whelan*: Phil. Mag. 5 (1960), S. 967  
 [30] *Hashimoto, H., A. Howie u. M. J. Whelan*: Proc. Roy. Soc. A 269 (1962), S. 80  
 [31] *Howie, A.*: Proc. Roy. Soc. A 271 (1963), S. 268  
 [32] *Hashimoto, H.*: J. Appl. Phys. 35 (1964), S. 277  
 [33] *Metherell, A. J. F., u. M. J. Whelan*: Phil. Mag. 15 (1967), S. 755  
 [34] *Humphreys, C. J., u. P. B. Hirsch*: Phil. Mag. 18 (1968), S. 115  
 [35] *Humphreys, C. J., A. Howie u. G. R. Booker*: Phil. Mag. 15 (1967), S. 507  
 [36] *Cundy, S. L., A. J. F. Metherell u. M. J. Whelan*: Phil. Mag. 15 (1967), S. 623  
 [37] *Gevers, R.*, in: The Interaction of Radiation with Solids. North-Holland, Amsterdam 1964, S. 471  
 [38] *Amelinckx, S.*: Intern. Conf. Electron Diffraction and Crystal Defects. Melbourne 1965  
 [39] *Amelinckx, S.*, in: Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science. North-Holland, Amsterdam 1970, S. 257  
 [40] *Amelinckx, S.*: Surface Sci. 31 (1972), S. 296  
 [41] *Gevers, R., J. van Landuyt u. S. Amelinckx*: Phys. stat. sol. 11 (1965), S. 689

## 2. Elektronenmikroskopische Bildkontraste von ein- und zweidimensionalen Kristalldefekten

J. Woltersdorf: Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR, Halle/Saale

Im vorliegenden Abschnitt werden die wichtigsten Aussagen der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung über die Abbildungen ein- und zweidimensionaler Gitterfehler zusammengestellt. Verweise auf Gleichungen und Textstellen aus Abschn. 1 des Teils II werden durch \* gekennzeichnet. Ebenso werden für bestimmte Größen die im Teil II, Abschn. 1., näher erläuterten Symbole benutzt.

### 2.1. Eigenschaften der Streifenprofile von Planardefekten in kfz. Kristallen

#### 2.1.1. Kontrast von Stapelfehlern

Da in kfz. Kristallen die Stapelfehlerebenen vom (111)-Typ und die von den Stapelfehlern hervorgerufenen Verschiebungen vom Typ  $\vec{R} = \frac{a}{6} \langle 112 \rangle$  sind, ergibt sich für die entsprechende Phasenverschiebung wegen Gl. (58)\* der Wert

$$\alpha = 2\pi \frac{a}{6} \langle 112 \rangle a^{-1} \langle hkl \rangle = \frac{\pi}{3} (h + k + 2l)$$

Die  $h, k, l$  sind, infolge der Auslöschungsregeln des kfz. Gitters, entweder alle gerade oder alle ungerade, so daß damit entweder  $\alpha = \frac{2\pi}{3}$  oder  $\alpha = 0$  gilt.

Die Streifenprofile geneigter Stapelfehler ergeben sich nun, indem die Beziehungen (81)\* bzw. (82)\* für  $\alpha = \pm \frac{2\pi}{3}$  ausgewertet werden. Vernachlässigt man zunächst

die Absorption, um auf einfache Weise den Einfluß des Anregungsfehlers  $s$  und der Foliendicke  $t$  auf den Verlauf des Kontrastprofils zu erhalten, erhält man folgendes Ergebnis:

Für den Fall  $s = 0$  besitzen die auftretenden Streifen eine Tiefenperiodizität von  $t_g/2$ , was gleichbedeutend damit ist, daß doppelt so viel Streifen auftreten, wie zu beobachten wären, wenn der oberhalb des Stapelfehlers liegende Kristallbereich verschwände und durch den nunmehr verbleibenden Keil Streifen gleicher Dicke erzeugt würden. Der Effekt des Abweichungsparameters besteht nun darin, daß für  $s \neq 0$  aufeinanderfolgende Streifen abwechselnd starken und schwachen Kontrast zeigen, wobei ein Vorzeichenwechsel von  $s$  zu einer Umkehrung dieses Effekts an benachbarten Streifen führt. Bei zunehmender Abweichung von der Bragg-Lage verschwinden die schwächeren Streifen ganz, und es treten nur noch die starken – jeweils zweiten – Streifen auf. Diese nehmen dann eine Tiefenperiodizität von  $1/\sigma = t_g [1 + (st_g)^2]^{-1/2}$  an, was für große  $s$ -Werte übergeht in  $1/s$  und dann mit den nunmehr gültigen kinematischen Beziehungen übereinstimmt.

Es lassen sich mit diesen Ergebnissen auch Aussagen über die Änderung des Profilverlaufs in Streifenrichtung gewinnen, die auftreten, wenn ein Stapelfehler durch Gebiete verläuft, in denen sich die Dicke oder der Anregungsfehler kontinuierlich

ändern. Die bei solchen Dicken- bzw. Orientierungsänderungen hinzukommenden oder vorschwindenden Linien sind charakteristisch für bestimmte Situationen. Sowohl in den Fällen, wo sich bei fester Orientierung die Dicke ändert, als auch dort, wo bei konstanter Dicke die Orientierung variiert, tritt eine Verzweigung der Linien an bestimmten Punkten quer über den Stapelfehler auf. Dies geschieht im Fall der Dickenänderung bei geringen Abweichungen von der Bragg-Lage (d. h.  $|t_g s| \ll 1$ ; dynamischer Fall) in der Weise, daß ein Wechsel in den Doppellinien auftritt, wobei dann eine neue Doppellinie hinzukommt, während bei großen Abweichungen (d. h.  $|t_g s| \gg 1$ ; kinematischer Fall) sich die Anzahl der Linien um eins erhöht und die neuen Intensitätsminima entsprechend an den Orten der früheren Maxima liegen. Dagegen ist im Fall der Orientierungsänderung ein allmähliches Anwachsen des Streifenabstands bei Annäherung an dynamische Bedingungen zu erwarten, verbunden mit einem Aufspalten dieser Streifen, was dann nach obigem zum halben Streifenabstand im Bereich  $s = 0$  führt.

In diesem Zusammenhang sei noch betont, daß somit die bei Dickenzuwachs zusätzlich auftretenden Linien an Stapelfehlern durch die Aufspaltung der inneren Streifen entstehen. (Dieser Effekt wird deutlich bei hinreichend dicken Folien, wo also die Absorption eine merkliche Rolle spielt.) Dies bildet ein wichtiges Unterscheidungsmerkmal bezüglich Zwillingsgrenzen, wo die Streifenvermehrung hauptsächlich durch Anlagerung im Randbereich erfolgt (s. Abschn. 2.1.2.). Ein Beispiel für das Verhalten eines Stapelfehlers beim Kreuzen von Biegekonturen zeigt Bild 1.

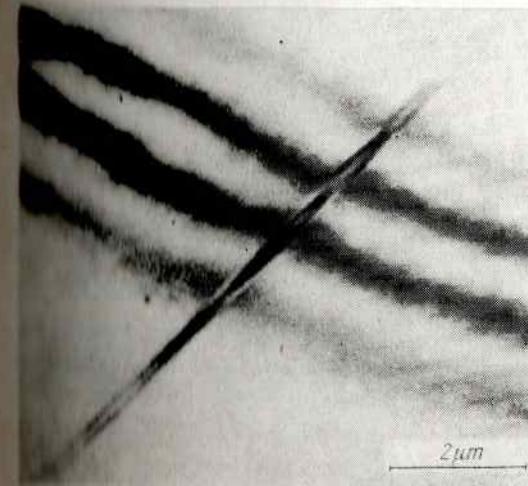


Bild 1. Stapelfehlerkontrast beim Kreuzen von Biegekonturen

Die bisher über den Streifenverlauf aufgeführten Merkmale gelten, da zunächst der Einfluß der Absorption vernachlässigt wurde, nur in hinreichend dünnen Kristallen unumschränkt.

Geht man zu dickeren Kristallen über und berücksichtigt dabei die selektive Absorption (entsprechend den Gln. (71)\* und (72)\*), dann ergibt sich zunächst als wesentliche Änderung, daß die Komplementarität von Hell- und Dunkelfeldbild zerstört wird. Während das Hellfeldbild nach wie vor vollkommen symmetrisch bezüglich der Mittellinie des Streifenprofils aufgebaut ist, insbesondere auch von zwei Streifen gleicher Art berandet wird, ist das Dunkelfeldbild durch die Wirkung der anomalen Absorption asymmetrisch bezüglich der Mittellinie und wird von zwei verschieden ausgebildeten Streifen begrenzt. Durch Vergleich beider Bilder läßt sich somit der Neigungswinkel des Stapelfehlers angeben: Diejenige Berandung des Stapelfehlers stellt

die Schnittlinie mit der Folienunterseite dar, bei welcher Hell- und Dunkelfeldbild unterschiedlich ausfallen.

Als weitere Folge der selektiven Absorption seien noch die schon in Abschn. 1.3.2. erwähnte Kontrastminderung der zentral gelegenen Streifen angeführt sowie die Vergrößerung der Tiefenperiodizität von  $t_g/2$  auf  $t_g$ , die nun auch – im Gegensatz zu dünnen Folien – für den Fall  $s = 0$  gilt, was eine Folge der durch Absorption unterdrückten jeweils schwächeren (zweiten) Streifen ist.

Weiterhin bringt es der Einfluß der selektiven Absorption mit sich, daß die Intensität der Randstreifen im Hellfeldbild nur vom Vorzeichen des Phasenwinkels abhängt, d. h., der Stapelfehler wird von hellen Streifen begrenzt, wenn  $\alpha = 2\pi/3$  und von dunklen, wenn  $\alpha = -2\pi/3$ . Dadurch ist es verhältnismäßig einfach, bei bekannter Orientierung des Stapelfehlers zwischen extrinsic- und intrinsic-Stapelfehlern zu unterscheiden und festzustellen, ob der jeweilige Stapelfehler einer zusätzlich eingeschobenen oder einer entfernten Netzebene entspricht. Eine praktische Methode für diesen Zweck, aufbauend auf den Ergebnissen von Hashimoto u. a. [1], wurde von Art u. a. [2] entwickelt. Darüber hinaus wird in [3] die Möglichkeit beschrieben, die Natur des Stapelfehlers allein aus dem Dunkelfeldbild (bei Berücksichtigung des Beugungsmusters) zu bestimmen.

Bei mehreren übereinander liegenden Stapelfehlern ist es nötig, die Kontrastercheinungen durch wiederholte Multiplikation mit den zugehörigen Streumatrizen, entsprechend Gl. (81)\*, zu bestimmen. Wenn die Stapelfehler so dicht übereinander liegen, daß die Zwischengebiete vernachlässigt werden können, dann kann die Anordnung näherungsweise durch einen äquivalenten Stapelfehler ersetzt werden, der eine Phasenverschiebung verursacht, die gleich der Summe der einzelnen ist. Liegen demzufolge zwei Stapelfehler gleichen Typs, z. B. zwei intrinsic-Fehler, übereinander, dann entspricht der zu beobachtende Kontrast (wegen  $2 \cdot 2 \cdot \pi/3 = 4\pi/3 \triangleq -2\pi/3$ ) einem einzelnen Stapelfehler des anderen Typs, im gewählten Beispiel also einem extrinsic-Stapelfehler. Wenn zwei unterschiedliche Stapelfehler sich überlappen, ist folglich kein Kontrast zu erwarten. Dasselbe gilt für ein ganzzahliges Vielfaches von drei gleichen Stapelfehlern, da  $3k (\pm 2\pi/3) = \pm 2k\pi$ . Bei einer Sequenz von beliebig vielen, schräg übereinander liegenden Stapelfehlern gleichen Typs erzwingt somit jeder dritte einen kontrastfreien Streifen, dessen Breite von der Geometrie der Anordnung abhängt (Bild 2).

Wenn die Stapelfehler weit auseinander liegen (etwa von der Größenordnung der halben Extinktionslänge), können besondere Erscheinungen, wie Asymmetrie des Hellfeldbilds, auftreten, die dann jeweils einer gesonderten Untersuchung bedürfen.

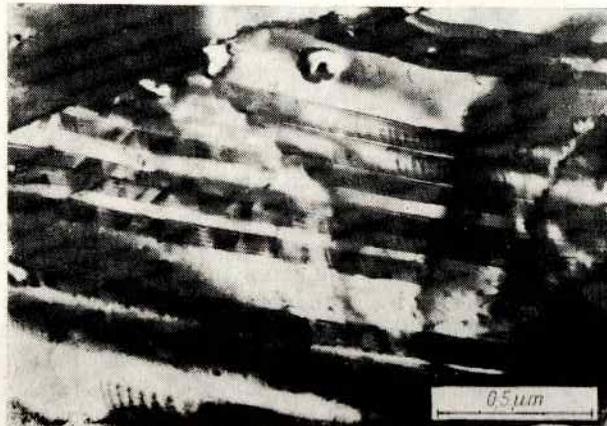


Bild 2. Stapelfehler, sich mehrfach überlappend, links unten sequenziell, wobei jeder dritte hinzukommende Stapelfehler den Kontrast vernichtet

Da durch geneigte Korn- und Zwillingsgrenzen im Kristall wiederum keilförmige Bereiche definiert werden, sind demgemäß infolge von Keilschichtinterferenzen auch über streifenartige Kontraststrukturen zu erwarten. Anders als bei Stapelfehlern, wo  $s_1 = s_2$ , hängt nun die Gestalt des Kontrastprofils im wesentlichen nur von der Größe der unterschiedlichen Anregungsfehler und von den zugehörigen (nach Abschn. 1.3.2. orientierungsabhängigen) Extinktionslängen ab. Daher ist es möglich, mit Hilfe der dynamischen Beziehungen (81)\* unter Berücksichtigung der anomalen Absorption Kriterien abzuleiten, durch die sich Korn- und Zwillingsgrenzen sowie Mikrozwillinge sowohl untereinander als auch von Stapelfehlern unterscheiden lassen. Diese möglichen Rechnungen für verschiedene Fälle finden sich in [4] bis [13]. Diejenigen Kristallbereiche, die dabei genügend weit aus der Bragg-Lage herausgedreht sind, werden innerhalb der Transmissionsmatrizen formell wie Vakuumstadien behandelt. Als wesentliches Resultat ergibt sich für Korngrenzen, daß der erste, also zur Oberseite der Folien (Eintrittsfläche des Strahls) gehörende Streifen sowohl im Hellfeld- als auch im Dunkelfeldbild von gleicher Art ist, während der letzte Streifen (der also zur Unterseite der Folie und damit zur Austrittsfläche des Strahls gehört) im Hell- und Dunkelfeldbild von entgegengesetzter Art ist. Die Natur des ersten und letzten Streifens ist dabei im Hellfeldbild unterschiedlich, während sie im Dunkelfeldbild übereinstimmt. Dieses Verhalten ist also dem der Stapelfehlerstreifen entgegengesetzt. Ob die äußeren Streifen im Dunkelfeldbild beide hell oder beide dunkel sind, hängt nur ab vom Vorzeichen der Differenz der Anregungsfehler, die für die beiden, von der Korngrenze getrennten Gebiete gelten. Ein weiteres charakteristisches Merkmal bildet das Verhalten der Streifen bei sich ändernder Foliendicke. Während bei Stapelfehlern die zusätzlichen Streifen durch Aufspaltung der zentral gelegenen Bänder entstehen, wächst die Streifenzahl bei Korngrenzen durch Anlagerung an den Randbereich, d. h., wenn die Foliendicke um die Extinktionslänge zugenommen hat, beginnt am Rand des Streifenmusters abrupt eine neue Linie.

Da Zwillingsgrenzen als Spezialfall der Korngrenzen angesehen werden können, sind bei ihnen prinzipiell ähnliche Erscheinungen zu erwarten. Eine Unterscheidungsmöglichkeit bietet die Auswertung von Feinbereichsbeugungen. Durch verwilligte Strukturen entstehen charakteristische Zusatzreflexe im Beugungsbild [14], [15], und entsprechend leuchten in den Dunkelfeldbildern dieser Zwillingsreflexe die verwilligten Bereiche hell auf. Typisch für Zwillingsgrenzen ist weiterhin ihr geradliniger oder gestufter Verlauf sowie der i. allg. zu beobachtende Intensitätsunterschied zwischen den beiden, von der Zwillingsgrenze getrennten Bereichen, der als Folge der verschieden großen Abweichungsparameter auftritt. An Zwillingsgrenzen sind selbstverständlich auch keine Versetzungsnetzwerke zu beobachten, wie sie bei geeigneten Orientierungen an Korngrenzen häufig vorkommen.

Besonderes Interesse verdienen noch die Kontraste an Mikrozwillingen, d. h. an dünnen Lamellen, die in eine dazu zwillingsorientierte Matrix eingebettet sind. Analog zu sich überlappenden Stapelfehlern entspricht dies dem Fall zweier sich überlappender Zwillingsgrenzen. Da die Zwillingslamellen i. allg. zur Folienoberfläche geneigt sind, tritt in den oberflächennahen Bereichen der Mikrozwillinge keine Überlappung der beiden Zwillingsgrenzflächen auf. Diese Teile des Zwillings zeigen infolge der auftretenden Keilschichtinterferenzen bei ausreichender Lamellendicke deutlichen Streifenkontrast. Die Streifenprofile sind dabei sowohl im Hell- als auch im Dunkelfeldbild symmetrisch, d. h., die beiden äußeren Streifen haben gleichen Kontrast, wobei Hell- und Dunkelfeldbild komplementär zueinander sind. Dies gilt sowohl für den nichtüberlappenden Teil an der Oberseite als auch an der Unterseite der Folie. Diese vollständige Symmetrie der Randstreifenprofile ist darauf zurück-

zuführen, daß es sich jeweils um Streifen handelt, die in der Nähe ein- und derselben Folienoberfläche liegen, so daß der Einfluß der anomalen Absorption, der die in den letzten beiden Abschnitten beschriebenen Asymmetrien mancher Streifenprofile bewirkt, nicht zur Geltung kommen kann.

Wesentlich komplizierter sind die Kontrasterscheinungen im Mittelbereich (wo sich die Grenzflächen also überlappen), der für dünne Zwillingslamellen der allein wichtige ist. Der Profilverlauf hängt empfindlich ab von den für Matrix und Zwillingslamellen geltenden Beugungsbedingungen, von den Dickenverhältnissen und der Kippung. Für relativ dicke Zwillingslamellen (etwa von der Größenordnung weniger Extinktionslängen) sind Hell- und Dunkelfeldbilder der Streifen symmetrisch und komplementär zueinander, in dünneren kann das Dunkelfeldbild asymmetrisch sein, wobei der an der Strahleneintrittsfläche liegende erste Streifen in Hell- und Dunkelfeldbild von gleicher Art ist, entsprechend den Eigenschaften der Stapelfehlerprofile. Die Übergangsstelle zum nichtüberlappenden Bereich kann dadurch gekennzeichnet sein, daß dort ein Streifen auftritt, der deutlich breiter als die benachbarten ist. Es sei noch erwähnt, daß einige Unterscheidungsmerkmale verschiedener Planardefekte von Murr [16] in tabellarischer Form zusammengestellt wurden.

## 2.2. Moiré-Muster

Der an geneigten Stapelfehlern entstehende Streifenkontrast wird durch einen Phasensprung von konstanter Größe verursacht, der jedoch – über die Breite des Stapelfehlers – jeweils in unterschiedlichen Tiefen austritt. Analog dazu ergeben sich ebenfalls Streifenmuster, wenn bei konstant gehaltener Tiefe die Größe des Phasensprungs variiert. Dies entspricht dem Fall der Moiré-Muster. Beispiele hierfür enthält Teil I, Abschn. 4. Die ersten Rechnungen zur Erfassung solcher von Gitterverzerrungen verursachten Streifenstrukturen wurden auf kinematischer Grundlage von Dowell u. a. [17] ausgeführt und durch Berücksichtigung dynamischer Effekte von Hashimoto u. a. [18] verbessert. Eine mathematisch elegantere, allgemeine dynamische Theorie des Moiré-Kontrastes stammt von Gevers [19], der direkt von den dynamischen Gleichungen (Gl. (56)\*) ausging und den Einfluß von Kristallgeometrie und Beugungssituation auf die Moiré-Streifenprofile unter Einschluß der selektiven Absorption untersuchte.

Je nach Art der Verzerrung sind drei Grundtypen von Moiré-Strukturen möglich, deren Geometrie sich folgendermaßen beschreiben läßt: *Rotationsmoiréstrukturen* entstehen, wenn zwei übereinanderliegende Kristallbereiche um einen Winkel  $\varphi$  gegeneinander verdreht sind, wobei die Rotationsachse senkrecht zur Trennfläche beider Schichten orientiert ist. Die Richtung der auftretenden Moiré-Streifen bildet dann mit dem, den wirksamen Beugungsreflex kennzeichnenden Vektor  $\vec{g}$  den Winkel  $\varphi/2$ , und die Intensitätsmaxima der Streifen haben einen Abstand, der näherungsweise gleich dem Quotienten aus dem zum Beugungsvektor gehörenden Netzebenenabstand  $d_g$  und dem Drehwinkel  $\varphi$  ist.

Reine *Kompressionsmoiréstrukturen* treten auf, wenn in einem der beiden übereinanderliegenden Kristallbereiche die senkrecht zu  $\vec{g}$  liegende Netzebenenachse komprimiert oder dilatiert wird. Die entstehenden Moiré-Streifen sind dann senkrecht zu  $\vec{g}$  orientiert, und ihr Abstand ist näherungsweise gleich dem Quotienten aus  $d_g$  und der bestehenden Verzerrung  $\varepsilon$ .

Schließlich lassen sich noch *Moiré-Strukturen vom gemischten Typ* definieren, die sich aus entsprechenden Rotations- und Kompressionsanteilen zusammensetzen,

Für kleine Verzerrungen bilden dabei die Moiré-Streifen einen Winkel mit dem Beugungsvektor, dessen Tangens gleich dem Quotienten aus Kompressionsverzerrung und Drehwinkel ist. Wenn dieses Verhältnis von Punkt zu Punkt variiert, ergeben sich entsprechend gekrümmte und verzerrte Moiré-Streifen. Bezüglich der Eigenschaften der jeweiligen Kontrastprofile bestimmter Moiré-Mustertypen und ihrer Abhängigkeit von Kippwinkel und Grenzflächenlage sei auf [19] verwiesen.

## 2.3. Kontraste an Versetzungen

Es sei zunächst bemerkt, daß die Aussagen der dynamischen Beugungstheorie über die Kontrasteigenschaften von Gitterfehlern anfänglich auf der Auswertung der entsprechenden Kontrastprofile beruhte. Solche Untersuchungen wurden zu Beginn der sechziger Jahre hauptsächlich von Hirsch u. Mitarb., Bollmann, sowie in den Arbeitsgruppen von Gevers und Amelinckx ausgeführt.

Eine bessere Erfassung der Kontrasteffekte sowie eine eindeutige Zuordnungsmöglichkeit zwischen dem elektronenoptisch gewonnenen und dem nach der dynamischen Theorie berechneten Bild wurde durch 1967 Head [20] geschaffen und seither auf verschiedenste Fälle von Versetzungen, Stapelfehlern und Ausscheidungen angewendet [21] bis [24]. Dieses Verfahren der Computersimulation elektronenmikroskopischer Bilder beruht darauf, daß die mit Hilfe der dynamischen Gleichungen (Gl. (62)\* bzw. (64)\*) für ein bestimmtes Prisma mit hinreichend kleinem Querschnitt berechneten Intensitäten entsprechend einer vorgegebenen Grauwertskala in Abhängigkeit von den Ortskoordinaten des Prismas ausgedruckt werden. Auf diese Weise erhält man Darstellungen, die sich bei hinreichender Feinheit des Rasters unmittelbar mit den experimentell gewonnen Bildern vergleichen lassen. (Auf die Computersimulation von TEM-Bildern wird in Abschn. 3. näher eingegangen.) Mit dieser Methode wurden auch Mehrstrahleffekte an Versetzungen berechnet [25]. Es zeigte sich, daß charakteristische Grundeigenschaften der vom Zweistrahlfall bekannten Bilder im wesentlichen erhalten bleiben; dafür werden bestimmte Feinheiten deutlich, z. B. das zusätzliche Auftreten von Längsstreifen in Oszillationsstrukturen. Doch sollte es nach wie vor gerechtfertigt sein, die Ergebnisse der Zweistrahlfall-Rechnungen als brauchbare erste Näherung bei der Identifikation von Kristallstörungen aus elektronenmikroskopischen Aufnahmen zu nutzen.

Die Kontrasterscheinungen der verschiedenen Versetzungstypen lassen sich in Abhängigkeit von Lage und Größe des Burgers-Vektors und der Orientierung der Versetzungslinie beschreiben, indem das der jeweiligen Versetzung entsprechende Verschiebungsfeld in das Gleichungssystem (Gl. (64)\*) eingesetzt wird. (Formulierungen für diese Verschiebungen finden sich z. B. bei Read [26] oder Hirth u. Lothe [27].) Erste Rechnungen über den Versetzungskontrast in kinematischer Näherung sind in [29] bis [30] enthalten, während in [31] und [32] die dynamische Theorie des Bildkontrastes von Versetzungen entwickelt wird.

### 2.3.1. Parallel zur Folienebene orientierte Versetzungen

Der einfachste Sonderfall liegt vor, wenn sich eine Schraubenversetzung parallel zur Folienebene in einer Folie der Dicke  $t$  in der Tiefe  $z = z_0$  befindet. Das Verschiebungsfeld ist dann

$$\vec{H} = \frac{b}{2\pi} \arctan \frac{z - z_0}{x} \quad (1)$$

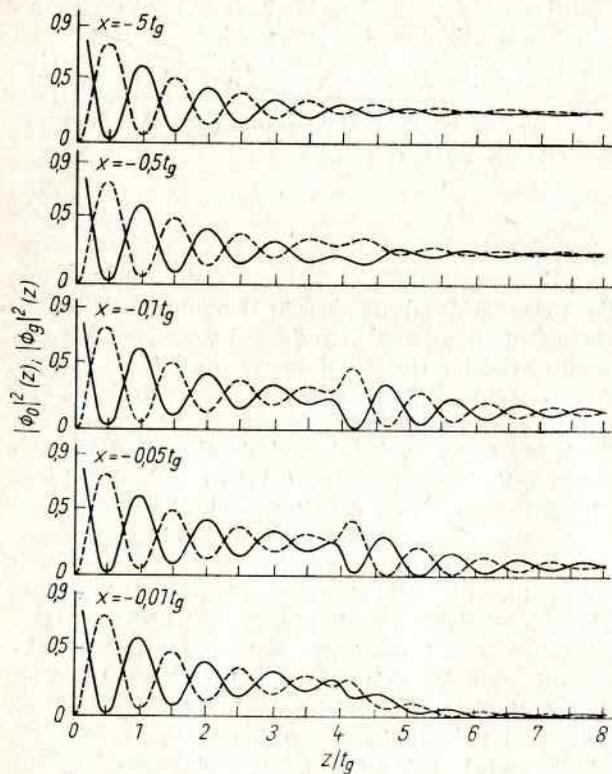


Bild 3. Einfluß einer Versetzung auf die Energiependelung zwischen einfallender Welle (volle Linie) und gebeugter Welle (gestrichelte Linie)

$$n = 1, \quad s = 0, \\ t' = t'_g = 10 t_g, \quad t = 8 t_g, \\ z_0 = 4 t_g$$

und der Phasenwinkel wird wegen Gl. (1) und (58)\*

$$\alpha = n \arctan \frac{z - z_0}{x} \quad (2)$$

$$\text{mit } n = \vec{g} \cdot \vec{b} \quad (3)$$

Dabei ist  $\vec{b}$  ihr Burgers-Vektor und  $x$  ihr senkrechter Abstand von dem jeweiligen Elementarprisma, innerhalb dessen gemäß der Säulenapproximation (s. Abschn. 1.3.2.) die Streuprozesse betrachtet werden. Durch sukzessive Berechnung der an der Unterseite von (in  $x$ -Richtung benachbarten) Prismen austretenden Intensitäten des durchgehenden und des gebeugten Strahls ergeben sich somit die Kontrastprofile des Hell- und Dunkelfeldbilds der betrachteten Versetzung. Wegen der in Gl. (64)\* geforderten Ableitung von Gl. (2) erhält das Differentialgleichungssystem (Gl. (64)\*) einen Term, der für  $z = z_0$  bei Annäherung an die Stelle  $x = 0$  (also den Ort der Versetzung) wie  $x^{-1}$  unbeschränkt wächst. Die damit verbundenen Schwierigkeiten bei der numerischen Lösung von Gl. (64)\* lassen sich mit Hilfe der Transformation

$$\Phi_g = \Psi_g \exp \left( i \arctan \frac{z - z_0}{x} \right)$$

beheben. Bild 3 zeigt für den Fall  $n = 1$ ,  $s = 0$ ,  $t' = t'_g = 10 t_g$  und  $t = 8 t_g$ ,  $z_0 = 4 t_g$ , wie bei Annäherung an die Versetzung ihr störender Einfluß auf die Energiependelung zwischen einfallendem und gebeugtem Strahl wächst. Die jeweiligen Endwerte, in  $x$ -Abhängigkeit aufgetragen, liefern dann das Kontrastprofil (Bild 4). Für eine entsprechende Stufenversetzung ist der Kontrastverlauf qualitativ ähnlich; das

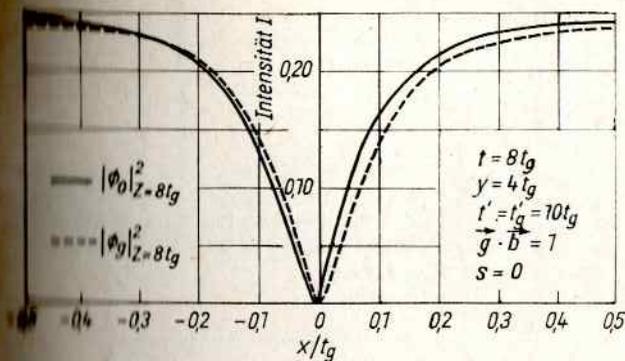


Bild 4. Kontrastprofil einer Schraubenversetzung (Kennzeichnung wie im Bild 3)

Minimum ist lediglich nicht so scharf ausgeprägt wie bei der Schraubenversetzung. Es fällt auf, daß Hell- und Dunkelfeldbild nicht komplementär zueinander sind, und die Versetzung somit in jedem Fall den dunklen Kontrast zeigt. Dies ist nicht schlechthin eine Folge der dynamischen Theorie, sondern ergibt sich durch Berücksichtigung der anomalen Absorption (weshalb auch in hinreichend dünnen Folien mit vernachlässigbarer Absorption Hell- und Dunkelfeldbild von Versetzungen komplementär sind). Während das Dunkelfeldbild vollkommen symmetrisch erscheint, ist das Hellfeldbild leicht asymmetrisch, und sein Minimum weicht etwas ab vom Ort der Versetzung. Bei Herauskipfung aus der Bragg-Lage verschiebt sich das Minimum beider Profile und damit das Bild der Versetzung vom wirklichen Ort der Versetzung weg auf die Seite, auf der die Netzebenen durch die Anwesenheit der Versetzung in Richtung der Bragg-Lage gedreht wurden. Aus Gl. (2) folgt

$$\sin \alpha = \begin{cases} n \frac{\pi}{2} & \text{für } z > z_0 \\ -n \frac{\pi}{2} & \text{für } z < z_0 \end{cases}$$

so daß ein plötzlicher Phasensprung von  $\Delta = n\pi$  zwischen oberem und unterem Teil des Prismas beim Durchgang durch die Versetzung ( $x = 0$ ) auftritt. Dies kennzeichnet die physikalische Bedeutung der in Gl. (3) definierten Größe  $n$ . (Der gleiche Phasensprung von  $\Delta = n\pi$  ergibt sich auch für  $x \rightarrow -0$ .) Für ungerade Werte von  $n$  verhalten sich daher die einfallende und die gebeugte Intensität, die von dem bei  $z = 0$  liegenden Prisma gestreut werden, genau so, als würde sich ein Stapelfehler entsprechender Phasenverschiebung in Höhe der Versetzung innerhalb des sonst als unfehlbar zu betrachtenden Prismas befinden, weshalb der Kontrast an geeigneten Versetzungslinien in Abhängigkeit von der Tiefe oszillierend ist. Für gerade Werte von  $n$  ergibt sich dagegen wegen  $\Delta = 2k\pi$  kein Phasensprung zwischen oberem und unterem Teil des Prismas, d. h., das Versetzungsbild hat bei  $x = 0$  die gleiche Intensität wie der perfekte Kristall gleicher Dicke, unabhängig von der Lage der Versetzung, so daß dieser Teil des Bilds keine tiefenperiodischen Intensitätsschwankungen zeigt. Zu gleichen Phasenbeziehungen gelangt man auch für Stufenversetzungen, deren Netzebenen parallel zur Folienebene orientiert sind, sowie für Mischversetzungen. Folglich ist auch in diesen Fällen das oben beschriebene Kontrastverhalten an der Stelle  $x = 0$  zu beobachten. Bild 5 zeigt den Kontrastverlauf für  $n = 2$  in der exakten Bragg-Lage. Bei Abweichung von der Reflexionsstellung verschiebt sich das Bild wieder (wie in der für  $n = 1$  angegebenen Weise), wobei nun eins der beiden Minima in Abhängigkeit von  $s$  deutlicher ausgeprägt erscheint als das andere (Bild 6). Folglich repräsentiert sowohl für  $n = 1$  als auch für  $n = 2$  bei Abweichung von der

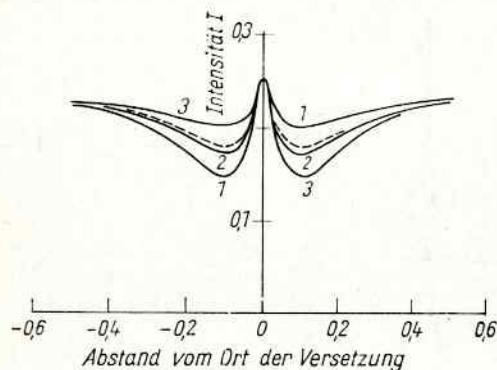


Bild 5. Kontrastverlauf einer Schraubenversetzung für  $n = 2$  in der exakten Bragg-Lage nach [32]

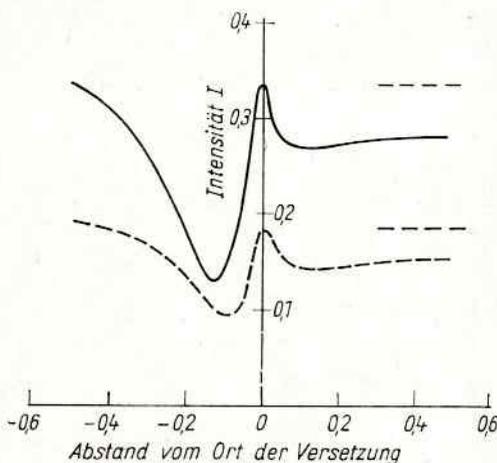


Bild 6. Kontrastverlauf einer Schraubenversetzung für  $n = 2$  und  $s \neq 0$  nach [32]

Bragg-Lage das Bild der Versetzung nicht den tatsächlichen Ort der Versetzungslinie, Infolge des oben geschilderten Verhaltens muß aber beim Durchqueren einer Bragg-Schliere, wo also der Abweichungsparameter sein Vorzeichen wechselt, das Bild der Versetzungslinie von einer Seite der Versetzung zur anderen überwechseln, da die Richtung der seitlichen Bildverschiebung vom Vorzeichen des Anregungsfehlers abhängt. Da nun für  $s = 0$  im Fall  $n = 2$  Doppelkontrast auftritt (Bild 5), während für  $n = 1$  nach wie vor eine einzige Bildlinie existiert (Bild 4), hat man somit innerhalb der Bragg-Schliere das im Bild 7 angedeutete Verhalten zu erwarten, welches folglich eine einfache Möglichkeit zur Bestimmung der Größe von  $n$  bietet. (Die Fälle  $n = 3$  oder  $n = 4$  kommen in der Praxis selten vor.) Mit der Kenntnis von  $n$  und der Richtung von  $\vec{b}$  läßt sich dann der Burgers-Vektor der Versetzung ermitteln. Da für  $n = 0$  die Phasenverschiebung verschwindet und somit kein Kontrast auftritt, läßt sich die Richtung des Burgers-Vektors dadurch bestimmen, daß durch geeignete Kippungen und die zugehörigen Beugungsaufnahmen zwei Folienorientierungen gefunden werden, bei denen der Kontrast des untersuchten Linienelements verschwindet. Wegen  $n = \vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  muß dann der Burgers-Vektor senkrecht zu den beiden entsprechenden Beugungsvektoren sein, d. h., er verläuft parallel zu ihrem Kreuzprodukt. Bezüglich des Doppelkontrastes sei noch erwähnt, daß eine Bildverdoppelung der Versetzung nicht nur in dem Fall  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$  auftritt, sondern auch dann

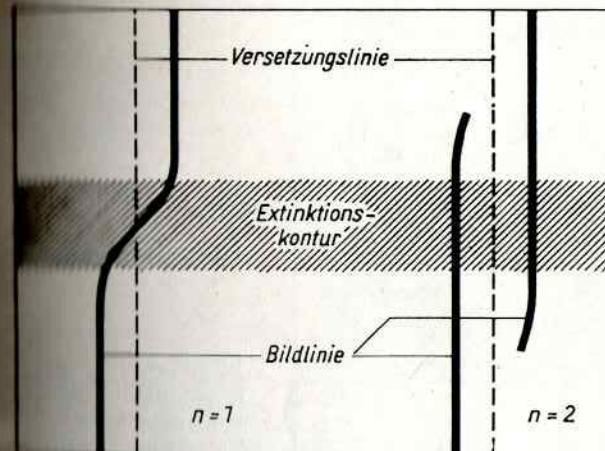


Bild 7. Verhalten der Bildlinie einer Versetzung beim Durchgang durch eine Bragg-Schliere

beobachtet werden kann, wenn zwei Reflexe  $\vec{g}_1$  und  $\vec{g}_2$  gleichzeitig zur Bildentstehung beitragen und somit Versetzungsbilder zu beiden Seiten der Versetzung entstehen. Dieser Fall ist jedoch von dem obigen durch Feinbereichsbeugung zu unterscheiden. Außerdem ist hier das Auftreten deutlichen Doppelkontrastes nicht nur, wie im Fall  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 2$ , auf die unmittelbare Nähe der Bragg-Schliere beschränkt.

#### 4.4.9. Zur Folienoberfläche geneigte Versetzungen

Besonders interessant sind die an geneigten Versetzungen zu beobachtenden Oszillationseffekte. (Beispiele für solche Erscheinungen bei verschiedenen Kontrastbedingungen zeigt Bild 8.) Bestimmte tiefenperiodische Intensitätsschwankungen an Versetzungen, die schräg zur Folienoberfläche orientiert sind, lassen sich zwar schon aufgrund der o. a. Beziehung zum Stapelfehlerkontrast erwarten, aber von den drei



Bild 8. Scharen von zur Oberfläche geneigten Versetzungen bei unterschiedlichen Kontrastbedingungen

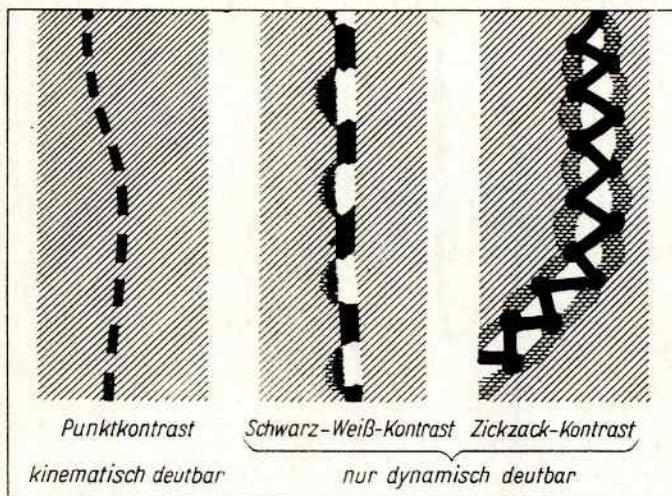


Bild 9. Oszillationstypen, die im Bildkontrast geneigter Versetzungen auftreten können (schematisch)

unterschiedlichen Oszillationseffekten, die auftreten können, sind zwei, nämlich der Schwarzweißkontrast und der Zickzackkontrast lediglich mit Hilfe der dynamischen Theorie unter Einschluß der selektiven Absorption deutbar. Die dritte mögliche Oszillationserscheinung stellt der sog. Punktkontrast dar, der sich vom Schwarzweißkontrast insofern unterscheidet, als bei ihm die zwischen den dunklen Gebieten liegenden Bereiche nicht heller als der Untergrund sind. (Eine Veranschaulichung der drei Oszillationskontrasttypen zeigt Bild 9.) Es zeigt sich, daß in dünneren Kristallfolien von der Größenordnung weniger Extinktionslängen der auftretende Oszillationstyp streng dickenabhängig ist und eine Komplementarität zwischen den verschiedenen Typen besteht:

Wenn die Dicke ein ganzzahliges Vielfaches der Extinktionslänge ist, tritt im Hellfeldbild Punktkontrast auf, während das Dunkelfeldbild an denselben Stellen entweder Schwarzweiß- oder Zickzackkontrast zeigt. Wenn dagegen die doppelte Kristalldicke ein ungerades Vielfaches der Extinktionslänge ist, sind die auftretenden Oszillationstypen genau vertauscht, d. h. Zickzack- bzw. Schwarzweißkontrast im Hellfeldbild und Punktkontrast im Dunkelfeldbild. (Ob Zickzack- oder Schwarzweißkontrast entsteht, hängt sehr empfindlich von den vorliegenden Beugungsbedingungen ab, da zwischen beiden Kontrasttypen nur geringe Unterschiede im Oszillationsverhalten der Kontrastprofile bestehen.)

In dickeren Kristallen führt der zunehmende Einfluß der selektiven Absorption zu ähnlichen Erscheinungen wie bei Stapelfehlern in dicken Folien, d. h., die Oszillationen erstrecken sich nur auf die oberflächennahen Teile der Versetzungslinie, während der mittlere Bereich einen gleichförmigen Kontrastverlauf zeigt. Dabei verhalten sich Hell- und Dunkelfeldbild in derselben Weise zueinander wie bei Stapelfehlern: Das Hellfeldbild ist symmetrisch, das Dunkelfeldbild asymmetrisch, und der Bereich, in dem sich beide gleichen, entspricht dem oberen Teil der Folie.

### 2.3.3. Partialversetzungen

Im Fall von Teilversetzungen ist zu berücksichtigen, daß das Produkt aus  $\vec{g}$  und  $\vec{b}$  (Gln. (2) u. (3)) nun nur noch in Ausnahmefällen ganzzahlig ist. Für solche Reflexe zeigt die Teilversetzung einen der vollständigen Versetzung analogen Kontrastverlauf, wobei

der angrenzende Stapelfehler unsichtbar ist. Für  $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm \frac{1}{3}$  ist die Teilversetzung nahezu unsichtbar, während sie für  $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm \frac{2}{3}$  und  $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm \frac{4}{3}$  deutlichen Kontrast zeigt, d. h., im ersteren Fall erscheint der Stapelfehler ohne Randkontur, andernfalls wird er vom Bild der Teilversetzungslinie begrenzt.

### Literaturverzeichnis

- 11 Hashimoto, H., A. Howie u. M. J. Whelan: Proc. Roy. Soc. A 269 (1962), S. 80  
 12 Art, A., R. Gevers u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 3 (1963), S. 697  
 13 Gevers, R., A. Art u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 3 (1963), S. 1563  
 14 Gevers, R.: Phys. stat. sol. 3 (1963), S. 1672  
 15 Gevers, R., u. a.: Phys. stat. sol. 4 (1964), S. 383  
 16 Gevers, R., u. a.: Phys. stat. sol. 5 (1964), S. 595  
 17 Gevers, R., J. van Landuyt u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 11 (1965), S. 689  
 18 van Landuyt, J., R. Gevers u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 9 (1965), S. 135  
 19 Hemaut, G., u. a.: Phys. stat. sol. 10 (1965), S. 121  
 20 Hemaut, G., u. a.: Phys. stat. sol. 13 (1966), S. 125  
 21 Gevers, R., J. van Landuyt u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 18 (1966), S. 325  
 22 Fourdeux, A., R. Gevers u. S. Amelinckx: Phys. stat. sol. 24 (1967), S. 195  
 23 Sacco d'Aragona, F., u. a.: Phys. stat. sol. 31 (1969), S. 739  
 24 Munsz, G.: Z. Kristallographie 99 A (1938), S. 378  
 25 Andrews, K. W., D. J. Dyson u. S. R. Keown: Interpretation of Electron Diffraction Patterns. Wiley & Sons, London 1968  
 26 Murr, L. E.: Electron Optical Applications in Material Science. Mc Graw Hill, New York 1970  
 27 Howell, W. C. T., J. L. Farrant u. A. L. G. Rees: Proc. 3rd Intern. Conf. Electron Microscopy. London 1954, S. 279  
 28 Hashimoto, H., M. Mannami u. T. Naiki: Phil. Trans. A 253 (1961), S. 459  
 29 Gevers, R.: Phil. Mag. 7 (1962), S. 1681  
 30 Head, A. K.: Austr. J. Phys. 20 (1967), S. 557  
 31 Humble, P.: Austr. J. Phys. 21 (1968), S. 325  
 32 Humble, P., in: Proc. Intern. Summer Course. Antwerpen 1969  
 33 Humble, P.: Austr. J. Phys. 22 (1969), S. 51  
 34 Marton, A. J., u. L. M. Clarebrough: Austr. J. Phys. 22 (1969), S. 393  
 35 Skulicky, P., u. A. Papp: Phil. Mag. 25 (1972), S. 177  
 36 Bead, W. T.: Dislocations in Crystals. Mc Graw Hill, New York 1953  
 37 Hirth, J. P., u. J. Lothe: Theory of Dislocations. Mc Graw Hill, New York 1968  
 38 Hirsch, P. B., A. Howie u. M. J. Whelan: Phil. Trans. Roy. Soc. A 252 (1960), S. 499  
 39 Gevers, R.: Phil. Mag. 7 (1962), S. 59  
 40 Gevers, R.: Phil. Mag. 7 (1962), S. 651  
 41 Howie, A., u. M. J. Whelan: Proc. Roy. Soc. A 263 (1961), S. 217  
 42 Howie, A., u. M. J. Whelan: Proc. Roy. Soc. A 267 (1962), S. 206

### 3. Computersimulation des elektronenmikroskopischen Bildkontrastes von Versetzungen

K. Scheerschmidt: Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR, Halle/Saale

Die Computersimulation des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes stellt ein geeignetes Hilfsmittel dar, eine möglichst korrekte Interpretation der elektronenmikroskopischen Bildkontraste von Gitterbaufehlern in kristallinen Objekten zu geben. Sie ist vor allem in den Fällen unentbehrlich, wo der Zusammenhang zwischen einem Kristallbaufehler und dem von ihm erzeugten Kontrast durch Anwendung der dynamischen Theorie des Beugungskontrastes ermittelt werden muß und wo Näherungslösungen sowie einfache Kontrastdiskussionen, z. B. Profilrechnungen und analytisch angebbare Lösungen, nicht zum Ziel führen.

Unter dem Begriff Computersimulation soll das im folgenden beschriebene Verfahren zur Interpretation der Bildkontraste von Kristalldefekten verstanden werden:

Ausgangspunkt der Untersuchung sind experimentell gewonnene Kristalldefektaufnahmen und die Kenntnis einer möglichst großen Zahl der Aufnahmeparameter. Aufgrund bereits vorhandener Erfahrungen bei der Auswertung von Bildkontrasten wird für den zu untersuchenden Kristalldefekt ein Modell erarbeitet, welches gestattet, mit elastizitätstheoretischen Methoden die durch einen Kristalldefekt veränderten Gitterpotentiale zu berechnen. Anschließend werden die Beugungskontrastintensitäten auf numerischem Weg ermittelt und in Form von Halbtonbildern dargestellt, die direkt mit elektronenmikroskopischen Aufnahmen verglichen werden können. Die Berechnung muß unter Variation des Modells und der freien Parameter so lange wiederholt werden, bis eine befriedigende Übereinstimmung zwischen computersimuliertem Bild und experimenteller Kontrastaufnahme erreicht ist.

Die erste Computersimulation wurde von *Head* [1] beschrieben, wobei die Erzeugung der Halbtonbilder mittels Line-Printer-Ausdruck unter Verwendung von 11 Graustufen erfolgte. Entsprechend einer von *Spring* u. *Steeds* [2] vorgeschlagenen Methode können computersimulierte Bilder auch auf einem Kathodenstrahloszillographen ausgegeben werden. Ein weiteres von *Maher* u. a. [3] angegebenes Verfahren läßt sich folgendermaßen charakterisieren: Ein Mikrofilmaufzeichnungsgerät gibt die berechneten Intensitäten direkt auf Mikrofilme, wobei ein Punktraster mehrfach angesteuert wird. Die so gewonnenen Bilder werden durch ein Mattglas-Kontaktverfahren umkopiert, so daß das Punktraster nicht mehr zu erkennen ist und sich Halbtonbilder guter Qualität ergeben. Abweichend hiervon verwendete *Hörl* [4] für den Bildausdruck ein Strichraster. Eine Zusammenfassung der Methoden des Bildausdrucks bei der Computersimulation von Kristalldefektabbildungen findet man z. B. bei *Maher* [5]. Die Bilder 1 und 2 geben zwei Beispiele für die aufgezählten Methoden zur Erzeugung von Halbtonbildern wieder. Bild 1 zeigt eine nach der Methode von *Head* berechnete Versetzung, während für den Versetzungsring im Bild 2 das Mikrofilmverfahren von *Bullough*, *Maher* und *Perrin* verwendet wurde.

Die meisten Computer besitzen keine speziellen Ausgabegeräte, und die nachträgliche Umformung von digital über Lochstreifen oder Magnetband ausgegebenen Daten in ein Bild auf einem Oszillographenschirm ist zu zeitaufwendig und störanfällig.

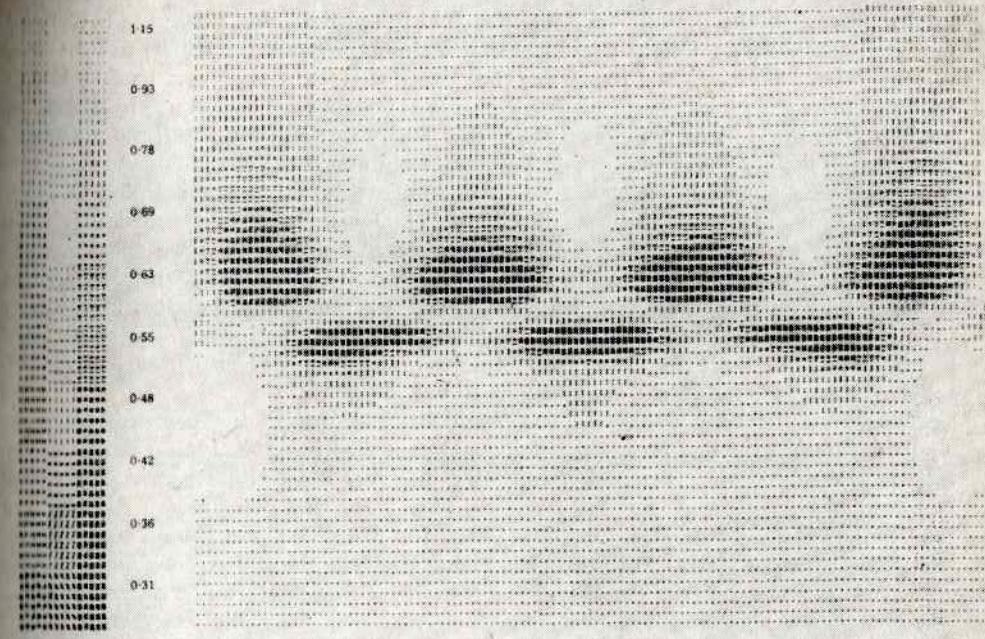


Bild 1. Computersimuliertes Halbtonbild einer Schraubenversetzung (Berechnung mit der Methode des generalisierten Querschnitts und Ausgabe mit Zeilendrucker nach [1])

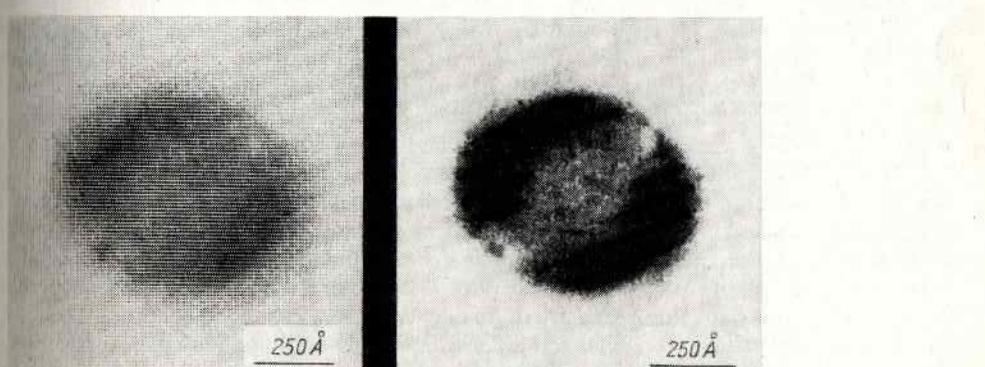


Bild 2. Computersimulationstechnik mit Mikrofilmaufzeichnung am Beispiel eines Versetzungsringes nach [2]

links: Bild auf dem Oszillographenschirm rechts: Negativkopie durch defokussierende Platte

Als einfache und schnelle Ausgabe simulierter Beugungskontrastaufnahmen empfiehlt sich daher der Line-Printer-Ausdruck nach *Head*.

Ein guter Schnelldrucker bzw. Zeilendrucker erzeugt ein möglichst homogenes Druckbild. Die einzelnen Zeichen werden sich in ihrem Schwärzungsverhalten nur wenig unterscheiden. Dies ist von großer Wichtigkeit für den Vergleich verschiedener Simulationsausdrücke. Eine genügend große Zahl differenzierter Grautöne ist allerdings hierbei nur mittels Überdruck verschiedener Zeichen auf die gleiche Druckposition – overprint – zu erzeugen.

Head u. Sanders [6] konnten zeigen, daß eine eindeutige Zuordnung zwischen Beugungskontrastabbildung und Verschiebungsfeld für jeweils eine Klasse von Kristalldefekten (geradlinige Defekte mit generalisiertem Querschnitt, Ringe usw.), außer unter gewissen Kontrastbedingungen (Extrema der Rocking-Kurven, exakte Bragg-Orientierung, verschwindende Absorption usw.), gegeben ist, wenn die in der dynamischen Theorie üblichen Näherungen erfüllt sind. Für den Fall geradliniger Defekte konnte weiterhin gezeigt werden, daß eine Berechnung des Verschiebungsfelds eines Kristalldefekts aus drei geeigneten Beugungskontrastaufnahmen prinzipiell möglich, bislang aber praktisch nicht durchführbar ist [7]. Daraus folgt: Es ist vorläufig nicht möglich, auf direktem Weg aus den Beugungskontrastintensitäten auf das Verschiebungsfeld des vorliegenden Kristalldefekts zu schließen, sondern es muß stets eine wiederholte Kontrastberechnung erfolgen, bis die computersimulierten Bildkontraste mit den experimentellen Aufnahmen befriedigend übereinstimmen. Es sollte aber möglich sein, mit Hilfe der Computersimulation und weiterer Kenntnisse experimenteller Art den Kristalldefekt eindeutig zu identifizieren.

Voraussetzung für eine erfolgreiche Defektidentifizierung ist die Kenntnis eines geeigneten Modells für den Kristallbaufehler. Dieses wird in nahezu allen Fällen durch eine Beschreibung der Gitterfehler mit der linearen Elastizitätstheorie gewonnen. Außer in stark verzerrten Kristallbereichen (dort muß eine nichtlineare Elastizitätstheorie Anwendung finden, oder es müssen die Atomkonfigurationen anderweitig bestimmt werden) stellt die lineare Elastizitätstheorie eine ausreichende Näherung dar. Diese kann im Fall der elastisch schwach anisotropen Materialien sogar durch die isotrope lineare Elastizitätstheorie ersetzt werden [8]. Verschiebungsfelder in anisotropen Medien wurden fast ausschließlich für den Fall geradliniger Versetzungen angegeben (s. z. B. [9] und die Abschn. 3.3.1. sowie 3.3.4.), wobei zur Bestimmung der in die analytischen Ausdrücke eingehenden Konstanten aufwendige numerische Berechnungen notwendig sind. Im Fall nichtgeradliniger Defekte verbleiben in der Regel zeitaufwendige Integrationen für jeden Ort, an dem die Verschiebungsfelder benötigt werden. Ein besonderes Problem für die Auffindung geeigneter Verschiebungsfelder der Kristalldefekte zur Computersimulation entsteht im Fall der Wechselwirkung der Gitterfehler mit Folienoberflächen bzw. innerkristallinen Grenzflächen, weil die Bildkräfte, d. h. die zusätzlich notwendigen Verzerrungen des Mediums um kräftefreie Grenzflächen zu erhalten, im allgemeinen nicht bekannt sind.

Während im Abschn. 3.1. die grundlegenden theoretischen und numerischen Betrachtungen der Methode der Computersimulation zusammenfassend dargestellt sind, wird im Abschn. 3.2. die Leistungsfähigkeit der Computersimulation am Beispiel der Versetzungskontraste aufgezeigt. Besondere Berücksichtigung findet dabei das Problem der Oberflächenrelaxation, d. h. der Wechselwirkung kristalliner Defekte mit den Folienoberflächen. Dabei soll keineswegs Vollständigkeit bei der Aufzählung der mit der Computersimulation gelösten Probleme erzielt werden, vielmehr kann es sich nur um einen Einblick in die Problematik handeln. Es kann hier auch keine vollständige Aufzählung der bisher bekannten Erscheinungen und Gesetzmäßigkeiten bei der Beugungskontrastabbildung gegeben werden. Es wird daher in diesem Zusammenhang auf die Literatur bezüglich der Kristalldefektabbildung mit der Computersimulation sowie auf Monographien, die grundlegenden Kontrasteigenschaften betreffend, verwiesen [10] bis [17].

### 3.1. Methode der Computersimulation des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes

Grundlage für das Verständnis des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes sind die im Rahmen der dynamischen Theorie aus der Schrödinger-Gleichung hergeleiteten Differentialgleichungen für die Anregungsstärken der Bloch-Wellen bzw. die Amplituden bei der Entwicklung nach ebenen Wellen. Man ist bemüht, für die Bildinterpretation des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes allgemein gültige Regeln aus diesen Grundgleichungen abzuleiten, die es gestatten, ohne aufwendige Rechnungen Aussagen über die Kristalldefekte zuzulassen. Dies gelingt nur in wenigen Fällen, so daß sich eine numerische Auswertung der Differentialgleichungen des Beugungskontrastes und die Darstellung der berechneten Intensitäten in Form von Halbtonbildern notwendig machen.

#### 3.1.1. Grundgleichungen des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes

Ausgehend davon, daß die stationären Lösungen der Schrödinger-Gleichung im Vakuum ebene Wellen und im baufehlerfreien Kristall Bloch-Wellen sind, können zwei verschiedene Lösungsansätze für die Beschreibung des Beugungskontrastproblems gegeben werden [14] bis [19]:

– Entwicklung nach ebenen Wellen

$$\psi(\vec{r}) = \sum_g \Phi_g(\vec{r}) e^{2\pi i(\vec{k} + \vec{g} + \vec{s}_g)\vec{r}} e^{-2\pi i\vec{g}\vec{u}(\vec{r})} \quad (1)$$

– Entwicklung nach Bloch-Wellen

$$\psi(\vec{r}) = \sum_l \psi_l^t(\vec{r}) \sum_g \psi_g^t e^{2\pi i(\vec{k} + \vec{g} + \vec{\delta}k^l)\vec{r}} e^{-2\pi i\vec{g}\vec{u}(\vec{r})} \quad (2)$$

wobei in beiden Ansätzen bereits eine Anpassung der Kristallwellen an die Gitterstörung durch das Verschiebungsfeld  $\vec{u}(\vec{r})$  des Kristalldefekts vorgenommen wurde. In den Gleichungen bedeuten  $\vec{k}$  den auf Refraktion korrigierten Wellenvektor der einfallenden Vakuumwelle,  $\vec{g}$  die reziproken Gittervektoren und  $\vec{s}_g$  die Abweichungsfehler. Weiterhin sind  $\vec{\delta}k^l$  und  $\psi_g^t$  die Eigenwerte bzw. Eigenvektoren aus den Grundgleichungen der dynamischen Theorie der Elektroneninterferenzen, die man erhält, wenn man die Bloch-Welle

$$b^l(\vec{r}) = \sum_g \psi_g^t e^{2\pi i(\vec{k} + \vec{g} + \vec{\delta}k^l)\vec{r}} \quad (3)$$

in die Schrödinger-Gleichung mit periodischem Potential einsetzt [18]. Die Grenzbedingungen fordern  $\vec{\delta}k^l = \delta k^l \vec{n}$  und  $\vec{s}_g = s_g \vec{n}$ , wenn  $\vec{n}$  der Normaleneinheitsvektor der Oberfläche ist.

Die Amplituden  $\Phi_g(\vec{r})$  der Entwicklung nach ebenen Wellen sind innerhalb des Kristalls nicht konstant. Sie beschreiben dort für den baufehlerfreien Kristall die Ewaldsche Pendellösung, sowie im gestörten Kristall den Einfluß eines Kristalldefekts, und sind nach Austritt der Wellen aus dem Kristall, d. h. im Vakuum, wieder konstant. Weil beim Beugungskontrastverfahren nur jeweils ein einzelner Strahl durch die

Objektivaperturbende hindurchgelassen wird, beschreibt das Betragsquadrat der Amplituden

$$I_g(t) = \Phi_g(t) \cdot \Phi_g^*(t) \quad (4)$$

die Intensität in der Bildebene. Hierbei sind  $\vec{g}$  der bilderzeugende Reflex und  $t$  die Kristalldicke ( $\vec{g} = [000]$  Hellfeldbild,  $\vec{g} \neq [000]$  Dunkelfeldbild). Im Fall der Entwicklung nach Bloch-Wellen sind die Anregungsstärken  $\psi^t(\vec{r})$  – wie die Entwicklungskoeffizienten genannt werden – im baufehlerfreien Kristall konstant, im gestörten Kristall ergibt sich eine Ortsabhängigkeit.

Die Ortsabhängigkeit der Amplituden  $\Phi_g(\vec{r})$  bzw. der Anregungsstärken  $\psi^t(\vec{r})$  werden durch die Differentialgleichungen des Beugungskontrastes beschrieben, die man erhält, wenn  $\psi$  in die Schrödinger-Gleichung mit durch den Kristalldefekt gestörtem Potential eingesetzt wird und eine Reihe von Näherungen (Vernachlässigung der Differentiation zweiter Ordnung und Säulenapproximation) durchgeführt werden.

Man erhält im allgemeinen  $N$ -Strahlfall (d. h.,  $N$ -Strahlen werden bei der Betrachtung der Streuung im Kristall berücksichtigt) folgendes System gewöhnlicher Differentialgleichungen erster Ordnung für die Amplituden im Fall der ebenen Wellen [16]:

$$\frac{d\Phi_g(z)}{dz} = 2\pi i (s_g + \beta'_g) \Phi_g(z) + \sum_{l=1}^N \left( \frac{\pi i}{\xi_{g-l}} - \frac{\pi}{\xi'_{g-l}} \right) \Phi_l(z) \quad (5)$$

und für die Anregungsstärken im Fall der Bloch-Wellen<sup>1)</sup> [18]:

$$\frac{d\psi^j(z)}{dz} = 2\pi i \sum_{l=1}^N \psi^l(z) e^{2\pi i (\delta k^l - \delta k^j) z} \sum_{g=1}^N \psi_g^j \cdot \psi_g^l \cdot \beta'_g \quad (6)$$

Es gilt in diesen Gleichungen  $\beta'_g = \frac{d}{dz} (\vec{g} \cdot \vec{u}(z))$ . Die noch nicht erklärten Konstanten sind die Extinktionslänge  $\xi_g$  und die Absorptionskonstante  $\xi'_g$ , die sich aus den Fourier-Koeffizienten des periodischen Potentials ergeben und aus den Atomstreuamplituden berechnen lassen [21] bis [26]. Die Anfangsbedingungen ergeben sich aus der Grenzbedingung für die Oberflächen zu  $\Phi_g(0) = \delta_{g0}$  und  $\psi^j(0) = \psi_0^j$ .

Im Fall der Bloch-Wellen müssen die Anregungsstärken zur Intensitätsberechnung wieder in die Amplituden zurücktransformiert werden:

$$\Phi_g(t) = \sum_j \psi^j(t) \psi_g^j e^{2i\pi (\delta k^j - s_g) \cdot t} \quad (7)$$

Da der Aufwand zur Lösung der Gleichungssysteme (5) bzw. (6) relativ groß ist, wird im allgemeinen eine weitere Näherung durchgeführt: Es wird angenommen, daß nur zwei Strahlen wesentlich an der Beugung beteiligt sind. Man spricht in diesem Fall von der Zweistrahlfall-Näherung.

Die Gültigkeit der Zweistrahlfall-Näherung wurde von *Howie* [16] abgeschätzt. Es ist zu fordern, daß für den Reflex  $\vec{g}$  nahezu Bragg-Anregung vorliegt, gleichzeitig  $g^2 \cdot \xi_g \lambda \gg 1$  ( $\lambda$  Elektronenwellenlänge) gilt, und weiterhin für alle nichtsystematischen Reflexe  $\vec{h}$  ebenfalls  $Wh \gg 1$  ist. Obwohl bisher wenig Mehrstrahlrechnungen von Kontrasteffekten vorliegen, so lassen sich doch einige vergleichende Betrachtungen anstellen. *Howie* u. *Basinski* [19] zeigten, daß in einigen Fällen Mehrstrahlrechnungen breitere Versetzungskontrastprofile ergeben, die nicht nur auf einer durch Mehrstrahleffekte bewirkten Modifikation der Extinktionslänge beruhen. *Head* [12] hingegen simulierte Versetzungen im Zwei-, Drei- und Vierstrahlfall, deren Kontraste wenig voneinander abwichen. Eine Deutung dürfte hier allein durch eine Korrektur der Extinktionslänge möglich sein. *Skalicky* u. *Papp* [27] wiesen eindeutig Mehrstrahleffekte in  $\alpha$ -Eisen nach. Von *Humphreys* [28] wurden Dickenkonturen im Mehrstrahlfall mit 20 Strahlen untersucht. Profilrechnungen von Versetzungen im 7-Strahlfall bzw. 11-Strahlfall erfolgten von *Yamamoto* [29] bzw. *Sandström* [30]. Diese Untersuchungen zeigten ebenso wie die »weak-beam«-Kontrastberechnungen von *Humphreys* u. a. [31] nicht vernachlässigbare Mehrstrahlfall-Einflüsse. Dennoch sollte eine große Zahl der in der Praxis vorkommenden Fälle mit der Zweistrahlfall-Näherung – unter Berücksichtigung der Korrektur der Extinktionslänge – genügend genau behandelt werden können.

1) Es ist zu beachten, daß das Eigenwertproblem für die  $\psi_g$  nicht hermitesch ist, so daß keine Orthogonalitätsrelation gilt. Es läßt sich aber eine der Orthogonalitätsrelation ähnliche Bedingung allgemein ableiten [20], wodurch in Gl. (6) die Größen  $\psi_g$  direkt und nicht die konjugiert komplexen Werte auftreten.

Der Übergang zum Zweistrahlfall ist mit den Gln. (5) und (6) relativ einfach durchzuführen. Es ist zu berücksichtigen, daß für  $\vec{g} = 0$  auch  $s_0 = 0$  und  $\beta'_0 = 0$  gilt und daß  $1/\xi_0 = 0$  ist, wenn die einfallende Welle auf Refraktion korrigiert wurde. Weiterhin kann  $\Phi_l(z) \equiv 0$ ,  $\psi_l^j = 0$  und  $\psi^j(z) \equiv 0$  angenommen werden, wenn  $l$  oder  $j$  von 0 und  $\vec{g}$  verschieden sind.

Mit der Transformation  $\hat{\Phi}_l = e^{-\pi i \xi'_0 \cdot z} \Phi_l$  kann schließlich der Term der normalen Absorption separiert werden, und man erhält im Falle der Entwicklung nach ebenen Wellen die Howie-Whelanschen Gleichungen [14]:

$$\begin{aligned} \frac{d\hat{\Phi}_0(z)}{dz} &= \frac{i}{2} p \hat{\Phi}_0 \\ \frac{d\hat{\Phi}_g(z)}{dz} &= \frac{i}{2} p \hat{\Phi}_0 + iq \hat{\Phi}_g \end{aligned} \quad (8)$$

Hierbei gelten die Abkürzungen  $p = \frac{2\pi}{\xi_g} + i \frac{2\pi}{\xi'_g}$ , sowie  $q = 2\pi (s_g + \beta'_g)$ . Die Anfangsbedingungen bleiben erhalten:  $\hat{\Phi}_0(0) = 1$  und  $\hat{\Phi}_g(0) = 0$ , aber die Intensitätsbeziehung (4) wird  $I_l = \hat{\Phi}_l \hat{\Phi}_l^* \cdot \exp(-2\pi t/\xi'_0)$ . Führt man als weitere Abkürzung  $\sigma^2 = s_g^2 + p^2/4$  ein und benutzt man die Transformation

$$\begin{aligned} \psi^1(z) &= a(z) \cdot \frac{p}{2\pi} \left[ 2\sigma (\sigma + s_g) \right]^{-1/2} \exp \left[ \pi i \frac{\sigma + s_g}{\sigma} \beta_g(z) \right] \\ \psi^2(z) &= -b(z) \cdot \frac{p}{2\pi} \left[ 2\sigma (\sigma - s_g) \right]^{-1/2} \exp \left[ \pi i \frac{\sigma - s_g}{\sigma} \beta_g(z) \right], \end{aligned} \quad (9)$$

so erhält man im Fall der Entwicklung nach Bloch-Wellen die Wilkensschen Gleichungen [18]:

$$\begin{aligned} \frac{da(z)}{dz} &= -i\pi \frac{\sigma + s_g}{\sigma} \beta'_g \exp \left[ -2\pi i \left( \frac{s_g}{\sigma} \beta_g + \sigma z \right) \right] \cdot b(z) \\ \frac{db(z)}{dz} &= -i\pi \frac{\sigma - s_g}{\sigma} \beta'_g \exp \left[ 2\pi i \left( \frac{s_g}{\sigma} \beta_g + \sigma z \right) \right] \cdot a(z). \end{aligned} \quad (10)$$

Hierbei wurden die Lösungen der Eigenwertgleichung des ungestörten Problems benutzt, die sich in der Zweistrahlfall-Näherung in einfacher Weise angeben lassen. Die Anfangsbedingungen werden zu  $a(0) = \exp \left[ -\pi i \frac{\sigma + s_g}{\sigma} \beta_g(0) \right]$  sowie

$b(o) = \exp \left[ -\pi i \frac{\sigma - s_g}{\sigma} \beta_g(o) \right]$ , und die Intensitäten gewinnt man aus den Gln. (4), (7) und (9).

Mit den Gleichungssystemen (5) und (6) bzw. (8) und (10) ist es im Prinzip möglich, die zu erwartenden Beugungskontrastintensitäten für jedes bekannte Verschiebungsfeld zu berechnen. Dabei muß im Einzelfall diskutiert werden, ob der Übergang zu den Zweistrahlfall-Gleichungen (8) und (10) zulässig ist. Die Gültigkeit der Gln. (5) und (6) ist im wesentlichen nur an die Gültigkeit der Säulennäherung gebunden, die durch geeignete Wahl der Beugungsbedingungen fast immer gewährleistet werden kann [5], [19], [32], [33]. Von den Approximationen, die weiterhin einen merklichen Kontrasteinfluß haben können, seien nur einige genannt: die Divergenz des einfallenden Elektronenbündels [34], inelastische Elektronenstreuprozesse [35], [36], [37] und der Einfluß von Zusatzreflexen bzw. nicht berücksichtigten schwachen Reflexen auf die Potentiale [38]. Eine Reihe dieser Kontrasteinflüsse kann dadurch erfaßt werden, daß von vornherein für die Kontrastberechnung möglichst experimentelle Parameter Verwendung finden. So enthalten experimentell ermittelte Extinktionsparameter die bei einer Zweistrahlrechnung nicht berücksichtigten Mehrstrahleinflüsse, und experimentell ermittelte Absorptionsparameter enthalten z. T. den Einfluß der durch die Objektivblende gelangenden inelastisch gestreuten Elektronen [12], [37].

### 3.1.2. Untersuchung von Näherungslösungen und allgemeine Regeln für die Kontrastdeutung

Wendet man die im Abschn. 3.1.1. gegebenen Beziehungen zur Berechnung des Beugungskontrastes an, so erkennt man, daß nur in wenigen Fällen die Intensitäten ohne numerische Integrationsmethoden ermittelt werden können. Als Beispiele seien hier die Berechnung von Bragg-Schlieren und von Dickenkonturen in anderweitig defektfreien Kristallen und die Ermittlung des Kontrastes von Planardefekten genannt. Von *Wilkins* [18] und *Gevers* [39] wurden Näherungsmethoden ermittelt, die es gestatten, Teilaussagen über die entstehenden Kontraste zu treffen. Speziell die Bloch-Wellengleichungen in ihrer allgemeinen Form (Gl. (6)) lassen wesentliche allgemeine Kontrastdiskussionen zu [17]. Die Mehrzahl der Kontrastercheinungen kann jedoch genügend genau nur durch eine numerische Analyse der Beugungskontrastgleichungen diskutiert werden.

Von den Näherungsmethoden der Kontrastrechnung sollen die von *Wilkins* [18] abgeleiteten Integralausdrücke angegeben werden. Setzt man in Gl. (10)  $|s_g| \gg |p|$ , dann gilt  $\sigma \approx s_g$ , und bis auf unwesentliche Phasenfaktoren erhält man die kinematische Theorie des elektronenmikroskopischen Beugungskontrastes. Das dabei allgemein formulierbare Integral

$$k(z, c_1, c_2) = \int_0^z \beta'_g(\varrho) \exp [2\pi i (c_1 u(\varrho) + c_2 \varrho)] d\varrho \quad (11)$$

wird mit der Verschiebungsfeldableitung der Schraubenversetzung und für ganzzahlige  $c_1$  in [40] behandelt. Für die Fälle  $c_1 = m/3$  ( $m$  ganzzahlig) hat *Gevers* [39] die Lösungen angegeben und gezeigt, wie man diese Ergebnisse verwenden kann, um die Integrale für beliebige Versetzungen zu ermitteln. Außerdem wurden rasch konvergierende Reihenentwicklungen für die Integrale  $k(z, c_1, c_2)$  angegeben.

Eine bessere Näherung als die kinematische Theorie erhält man in der folgenden Weise: Setzt man voraus, daß  $\beta'_g$  klein ist, kann man die Anregungsstärken in Bornsche Reihen entwickeln  $a = a_0 + \varepsilon a_1 + \varepsilon^2 a_2 + \dots$  und  $b = b_0 + \varepsilon b_1 + \varepsilon^2 b_2 + \dots$

Die Annahme, daß  $\beta'_g$  von der Größenordnung  $\varepsilon$  ist, ermöglicht für die Reihenglieder Ausdrücke der Form  $-i\pi (\pm s_g + \sigma)/\sigma \cdot k(z, \mp s_g/\sigma, \mp \sigma)$  bzw. Integrale über die  $k(z, c_1, c_2)$  anzugeben. Mit dieser Näherung wird es ohne direkte Lösung der Differentialgleichungen des Beugungskontrastes möglich, den Bildkontrast für das Fernfeld beliebiger Kristalldefekte vorausszusagen. Für den Bereich, in welchem die Verschiebungsfeldableitungen große Beträge aufweisen, läßt sich, falls dieser Bereich klein gegen die Extinktionslänge ist, eine ähnliche Näherung durchführen. Diese Näherungslösungen haben sich besonders bei der Untersuchung kleiner Kristalldefekte bewährt.

Im folgenden seien noch einige allgemeine Aussagen zusammengefaßt, die aus der Diskussion der Bloch-Wellengleichung in ihrer allgemeinen Form folgen. Aus der Gl. (6) kann direkt abgelesen werden, daß bei lokalisierten Defekten ein starker Kontrast hauptsächlich nur durch die Übergänge  $l \neq j$  entstehen kann. Weiterhin können Auslöschungsregeln allgemein formuliert werden. Aus Gl. (6) folgt: Wenn für alle an der Streuung beteiligten Reflexe  $\vec{g}$  die Bedingung  $\vec{g} \cdot \vec{u}(z) = \text{const}$ , d. h.  $\beta'_g(z) \equiv 0$  gilt, dann ist für das Verschiebungsfeld  $\vec{u}(z)$  kein Kontrast zu erwarten. Schließlich kann man für schwache Reflexe die Näherung  $\psi^l(z) \approx \psi^l(o) = \psi^l_0$  durchführen und erhält

$$\psi^l(o) = \psi^l_0 + 2\pi i \sum_l \sum_g \psi^l_0 \psi^g_0 \int_0^l \beta'_g(z) \exp [2\pi i (\delta k^l - \delta k^g) z] dz \quad (12)$$

Die Gl. (12) zeigt, daß der elektronenmikroskopische Beugungskontrast näherungsweise durch die Fourier-Transformierte des Verschiebungsfelds bestimmt wird, welche in einigen Fällen leichter zu berechnen ist als das Verschiebungsfeld selbst. Neben einigen anderen allgemeinen Kontrastaussagen folgt weiterhin aus Gl. (12), daß für zu schnell oder zu langsam variierende Funktionen  $\beta'_g(z)$  nur ein schwacher Kontrast beobachtet werden kann, und daß eine Kontrastverbesserung durch solche Beugungsbedingungen erreicht wird, wo großen Differenzen der Wellenvektoren  $\delta k^l = k^l - k^g$  eine kleine Extinktionslänge entspricht. Das Integral in Gl. (12) kann auch als Integral über das Fourier-Potential geschrieben werden [16] und gestattet dadurch den Beugungskontrast für verschiedene Potentialansätze zu untersuchen.

Aus den Differentialgleichungen (5) im Fall der Entwicklung nach ebenen Wellen kann abgelesen werden, daß die Kontrastentstehung als örtliche Variation des Abweichungsfehlers  $s_g$  durch die Verschiebungsfeldableitung  $\beta'_g$  gedeutet werden kann. Führt man eine Näherung für schwache Strahlen durch (kinematische Theorie), so kann man ein Kriterium erhalten, welches auf einfache Weise die Lage des Kontrastextremwerts  $(x_m, y_m) = (x_m(z_0), y_m(z_0))$  in Abhängigkeit von der Tiefenlage  $z_0$  eines Defekts bestimmt [41]. Aus der Bedingung für einen Wendepunkt des Verschiebungsfelds  $\beta'_g(z) = 0$  erhält man eine Beziehung  $z = f(z_0)$ . Mit dieser Beziehung und der Bedingung  $s_g + \beta'_g(x, y, f(z_0)) = 0$  folgt der Ort des Kontrastextremwerts  $(x_m, y_m)$ .

Aus den allgemeinen Regeln für die Kontrastauslöschung bzw. für den Ort des Kontrastextremwerts lassen sich einige spezielle Regeln ableiten. Benutzt man z. B. die Verschiebungsfelder für die geradlinigen Versetzungen in isotropen Medien, so erhält man eine Kontrastauslöschung der Versetzungen bei Gültigkeit der Bedingungen  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  und  $\vec{g} \cdot (\vec{b} \times \vec{l}) = 0$  für alle bilderzeugenden Strahlen ( $\vec{b}$  Burgersvektor,  $\vec{l}$  Richtungsvektor der geradlinigen Versetzung). Weiterhin folgt z. B. ein Kontrastwechsel bezüglich der Projektion der Versetzungslinie in die Bildebene, falls die Größe  $(\vec{g} \cdot \vec{b}) \cdot s_g$  das Vorzeichen wechselt.

Die Formulierung der Gl. (5) in Matrixschreibweise gibt die Möglichkeit, Aussagen bezüglich der Symmetrie der zu erwartenden Kontraste zu treffen [14]. *Howie* u. *Whelan* folgerten aus den Symmetrieeigenschaften der Streumatrizen die Identität zweier Beugungskontrastaufnahmen, wenn der Kristall ein Symmetriezentrum hat, und wenn  $\vec{u}(z)$  sowie  $\vec{u}_0 - \vec{u}(t-z)$  die Verschiebungsfunktionen der den beiden Aufnahmen zugrundeliegenden Kristalldefekte sind ( $\vec{u}_0$  ist eine beliebige konstante Verschiebung). *Ball* [42] zeigte, daß die Dunkelfeldbilder zweier Defekte identisch werden, wenn ihre Verschiebungsfelder durch  $\vec{u}(z)$  und  $\vec{u}_0 + \vec{u}(t-z)$  darstellbar sind. Dabei wird allerdings vorausgesetzt, daß die exakte Bragg-Orientierung vorliegt und die Gültigkeit des Zweistrahlfalls gewährleistet ist. *Pogany* u. *Turner* [43] konnten die Aussagen auf den Fall einer systematischen Reihe von Reflexen erweitern. Die Aussagen bezüglich der Identität zweier Beugungskontrastaufnahmen können auch verwendet werden, um Symmetriebeziehungen der Bildkontraste abzuleiten. So gilt z. B. nach obigem für Zweistrahlfall-Kontraste bei exakter Bragg-Anregung ( $w = 0$ ), daß bei Gültigkeit der Beziehung

$$\vec{u}(x, y, z) = \vec{u}_0(x, y) \mp \vec{u}(x, y, t-z) \quad (13)$$

das Hellfeldbild (—) bzw. das Dunkelfeldbild (+) symmetrisch sind. Für Versetzungen und Stapelfehler erhält man damit Symmetrie der Hellfeldabbildung und antisymmetrische Dunkelfeldbilder. Dies ist nachprüfbar, indem die Verschiebungsfelder an den Stellen  $z_0$  und  $t-z_0$  für die Argumente  $z$  bzw.  $t-z$  untersucht werden. Die obigen Aussagen müssen jedoch noch bezüglich der Abhängigkeit vom Beugungsvektor  $\vec{g}$  modifiziert werden. Gilt für eine Versetzung z. B.  $\vec{g}\vec{b} = 0$  und  $\vec{g}(\vec{b} \times \vec{l}) \neq 0$ , dann wird im Gegensatz zur allgemeinen Aussage ein symmetrisches Dunkelfeldbild und ein asymmetrisches Hellfeldbild auftreten (s. a. die numerischen Rechnungen im Abschn. 3.2.1.).

### 3.1.3. Numerische Grundlagen der Computersimulation

In vielen Fällen reichen allgemeine Regeln zur Kontrastdeutung nicht aus; analytische Lösungen sind nicht angebar und Näherungslösungen geben keinen genügenden Überblick über die zu erwartenden Kontraste. Dann ist es unumgänglich, die Differentialgleichungen (5) und (6) numerisch zu lösen, d. h. die Methode der Computersimulation anzuwenden, obwohl dadurch der Zusammenhang zwischen Bildkontrast und physikalischer Ursache nicht mehr zu erkennen ist. Die numerische Integration wird in der Regel mit einem Runge-Kutta-Verfahren oder mit einer Predictor-Correktor-Methode durchgeführt. Dabei ergibt sich als wichtigstes Problem, die Rechenzeit möglichst gering zu halten. Dies kann im Fall geradliniger Defekte mit Hilfe der Methode des generalisierten Querschnitts geschehen, während im allgemeinen Fall Transformationen der Gleichungen und Interpolationsverfahren notwendig werden.

#### Methode des verallgemeinerten Querschnitts

Unter der Voraussetzung, daß – wie bei geradlinigen Einzelversetzungen und parallel liegenden Versetzungen – das Verschiebungsfeld eine Richtung aufweist, in welcher es konstant ist, haben *Head* [1] für planparallele Objekte senkrecht zum Strahl und *Humble* [44] für geneigte Oberflächen eine Methode angegeben, wie die Intensitäten eines vollständig simulierten Bilds einzig aus der Berechnung zweier Intensitäts-

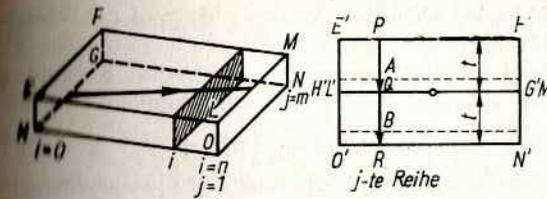


Bild 3. Definition des generalisierten Querschnitts für eine zur Folie geneigte geradlinige Versetzung nach [49]

profile abgeleitet werden können. Das Verfahren wurde von *Skalicky* u. *Papp* [27] auf den Mehrstrahlfall verallgemeinert. Grundlage des Verfahrens ist die Linearität der Differentialgleichungen des Beugungskontrastes, weil sich wegen der Linearität jede Lösung der Differentialgleichungen durch Linearkombination zweier linear unabhängiger Lösungen darstellen läßt. Wird, wie im Bild 3 angegeben, ein generalisierter Querschnitt als Projektion aller Folienquerschnitte parallel zum Elektronenstrahl definiert, so daß die Versetzung in der Mitte der Fläche mit der Abmessung  $l$  ( $l$  Foliendicke) liegt, dann stellt jeder wirkliche Kristallquerschnitt einen Ausschnitt aus dem generalisierten Querschnitt dar, und alle Querschnitte unterscheiden sich nur durch die Wahl der Anfangsbedingungen. Für den generalisierten Querschnitt werden 64 Säulen in je 128 Schritten integriert und die zu jedem Schritt gehörenden Amplituden gespeichert. Dann werden  $2N$  Konstanten ( $N$  Anzahl der Strahlen) für einen Punkt  $(x, y)$  der Bildebene (Säule  $i, j$ ) derart bestimmt, daß in der zur Oberfläche gehörenden Tiefe  $A$  (Integrationsschritt  $k$ ) im generalisierten Querschnitt die im Abschn. 3.1.1. gegebenen Anfangsbedingungen erfüllt sind. Mit diesen  $2N$  Konstanten erhält man dann aus dem Integrationsschritt  $k+64$  (Tiefe  $B$ ) die Amplituden an der Folienaustrittsseite. Damit wird die Computersimulation für die genannten Defekte stark vereinfacht. Ein aus  $64 \times 128$  Punkten bestehendes Bild erfordert die Berechnung der Amplituden von nur 64 Punkten und die jeweilige Umrechnung der Anfangsbedingungen.

#### Numerische Integration und Interpolation

Als ein günstiges Verfahren zur Integration der Differentialgleichungen (5) bzw. (6) hat sich das von *Merson* [45] angegebene modifizierte Runge-Kutta-Verfahren bewährt, weil die Schrittweite automatisch der Genauigkeit angepaßt wird und dennoch die Rechengeschwindigkeit größer als bei vergleichbaren Verfahren bleibt. Für ein Differentialgleichungssystem  $y_i' = f_i(x, y_1, \dots, y_n)$  kann das Verfahren nach *Merson* formelmäßig einfach angegeben werden: Mit der Schrittweite  $h$  des  $\nu$ -ten Schritts berechnen sich die Funktionswerte  $y_i^{(\nu+1)}$  gemäß

$$y_i^{(\nu+1)} = y_i^{(\nu)} + \frac{1}{2} (k_i^{(1)} + 4k_i^{(4)} + k_i^{(5)}), \quad i = 1, 2, \dots, n \quad (14)$$

wobei

$$k_j^{(1)} = h f_j(x^{(\nu)}, y_j^{(\nu)}), \quad j = 1, 2, \dots, n$$

$$k_j^{(2)} = h f_j(x^{(\nu)} + \frac{h}{3}, y_j^{(\nu)} + k_j^{(1)})$$

$$k_j^{(3)} = h f_j(x^{(\nu)} + \frac{h}{3}, y_j^{(\nu)} + \frac{1}{2} k_j^{(1)} + \frac{1}{2} k_j^{(2)})$$

$$k_j^{(4)} = h f_j(x^{(\nu)} + \frac{h}{2}, y_j^{(\nu)} + \frac{3}{8} k_j^{(1)} + \frac{9}{8} k_j^{(2)})$$

$$k_j^{(5)} = h f_j(x^{(\nu)} + h, y_j^{(\nu)} + \frac{3}{2} k_j^{(1)} - \frac{9}{2} k_j^{(2)} + 6k_j^{(3)})$$

Nach der Berechnung der  $k_i^{(1)}$  bis  $k_i^{(5)}$  wird abgefragt, ob  $\max \Delta_i > \Delta$  ( $\Delta$  Fehler-schranke) bzw.  $\max \Delta_i < \Delta/32$  ist. Gilt das erstere, dann wird der  $(v+1)$ -te Rechenschritt wiederholt, wobei die Schrittweite halbiert wird. Ist das zweite Kriterium erfüllt, dann wird bei der Abarbeitung des nächsten Schritts die doppelte Schrittweite benutzt. Die Größen  $\Delta_i$  ergeben sich aus  $5\Delta_i = k_i^{(1)} - \frac{9}{2}k_i^{(3)} + 4k_i^{(4)} - \frac{1}{2}k_i^{(5)}$  und geben den maximalen Absolutfehler eines Rechenschritts an. Für die Gleichungen im Mehrstrahlfall (5) seien die Funktionen  $f_i$  kurz dargestellt. Zur Vereinfachung der Rechnung führt man in der Regel eine Normierung durch, wobei es sich für die Rechenzeit als günstig erwiesen hat, die Koordinaten und alle Parameter auf die kleinste Extinktionslänge  $\xi_2$  zu normieren. Ist  $N$  die Anzahl der berücksichtigten Strahlen (dynamischer  $N$ -Strahlfall oder kinematischer  $(N-1)$ -Strahlfall), dann kann man  $y_{2i} = \text{Im}\{\Phi_i\}$  und  $y_{2i-1} = \text{Re}\{\Phi_i\}$  für  $i = 1, 2, \dots, N$  definieren, und die rechten Seiten der Differentialgleichungen (5) ergeben sich zu

$$f_{2i-1} = -2\pi(w_i + \xi_2\beta'_i) - \sum_{j=1}^N \pi(y_{2j} + \xi_{i-j}/\xi'_{i-j}y_{2j-1}) \xi_2/\xi_{i-j} \quad (15)$$

$$f_{2i} = 2\pi(w_i + \xi_2\beta'_i) + \sum_{j=1}^N \pi(y_{2j-1} - \xi_{i-j}/\xi'_{i-j}y_{2j}) \xi_2/\xi_{i-j}$$

wobei hier im Gegensatz zum allgemeinen Gebrauch  $w_i = \xi_2 \cdot s_i$  gesetzt wurde. Verwendet man die Gl. (6) zur Kontrastrechnung, dann muß im Mehrstrahlfall vor dem eigentlichen Integrationsbeginn erst noch das Eigenwertproblem für die Eigenwerte  $\delta k^i$  und die Eigenvektoren  $\psi_g^i$  gelöst werden. Man hat aber den Vorteil, daß im wenig gestörten Kristall die Anregungsstärken  $\psi^i$  nahezu konstant sind, so daß sich eine große Schrittweite  $h$  einstellt, die zu einer verringerten Rechenzeit führt.

Für die Kontrastberechnung mit den Zweistrahlfallgleichungen (8), (10) können weitere Zeiteinsparungen erreicht werden, so wurde z. B. von *Lepski* [46] im Fall der Formulierung des Beugungskontrastes nach *Wilkins* eine Reduktion der Zahl der Differentialgleichungen vorgeschlagen, mit deren Hilfe man im Zweistrahlfall die Integration der vier Differentialgleichungen durch eine Integration von zwei Differentialgleichungen und die Auswertung eines Integrals ersetzen kann. *Lepski* führte eine Hilfsvariable  $v(z)$  ein, die sich in der Bezeichnungsweise des Abschn. 3.2.1. schreibt

$$v(z) = \frac{2\pi\sigma - q}{p} \cdot \frac{a}{b} \cdot \exp\left\{2\pi i\left(\sigma z + \frac{s_g}{\sigma}\beta_g\right)\right\} \quad (16)$$

Die Wilkinesschen Differentialgleichungen erhalten damit die Form:

$$v'(z) = 2\pi i\sigma v + i\beta'_g \cdot \frac{p}{2\sigma} \left(v^2 + \frac{2q}{p}v - 1\right) \quad (17)$$

Um die Intensitäten berechnen zu können, muß das numerisch nicht aufwendig zu handhabende Integral  $I = \int_0^t dz \cdot \beta'_g \cdot v(z)$  gelöst werden.

Die Howie-Whelanschen Gleichungen gestatten – ähnlich wie die Bloch-Wellengleichungen – eine Transformation derart, daß die analytisch bestimmbareren Lösungen des ungestörten Gitters separiert werden können [8]. Mit den unbekanntenen Funktionen  $r_1(z)$  und  $r_2(z)$  kann man

$$\begin{aligned} \Phi_0(z) &= \exp(i\pi s_g z) \cdot [r_1(z) \cdot T(z) + r_2(z) \cdot S(z)] \\ \Phi_g(z) &= \exp(i\pi s_g z) \cdot [r_2(z) \cdot T^-(z) + r_1(z) \cdot S^-(z)] \end{aligned} \quad (18)$$

setzen, wobei für  $T$  und  $S$  aus der Gl. (8) für  $\beta'_g = 0$  folgt

$$T(z, \pm s) = \cos(\pi\sigma z) \mp \frac{is}{\sigma} \sin(\pi\sigma z) \quad (19)$$

$$S(z, \pm s) = \frac{ip}{2\pi\sigma} \sin(\pi\sigma z)$$

und die Anfangsbedingungen  $r_1(0) = 1$  und  $r_2(0) = 0$  lauten. Mit diesen Beziehungen kann man die Howie-Whelanschen Differentialgleichungen dann befriedigen, wenn für die unbekanntenen Funktionen  $r_1$  und  $r_2$  die Differentialgleichungen

$$\begin{aligned} r_1'(z) &= -2\pi i\beta'_g \cdot S(r_1 \cdot S^- + r_2 T^-) \\ r_2'(z) &= 2\pi i\beta'_g \cdot T(r_1 \cdot S^- + r_2 T^-) \end{aligned} \quad (20)$$

gelöst werden. Die Transformation  $u(z) = r_2(z)/r_1(z)$  mit der Anfangsbedingung  $u(0) = 0$  ermöglicht wiederum, die Zahl der Differentialgleichungen zu reduzieren. Nach kurzer Rechnung erhält man die Riccatische Differentialgleichung

$$u'(z) = 2\pi i\beta'_g (uT^- + S^-) (uS + T) \quad (21)$$

wobei zur Intensitätsberechnung ebenfalls ein Integral gelöst werden muß. Mit den transformierten Beugungskontrastgleichungen (17) bzw. (21) lassen sich wesentliche Rechenzeiteinsparungen bei der Computersimulation erzielen, so daß es möglich wird, Routineberechnungen auch für nichtgeradlinige Defekte mit geringem Aufwand durchzuführen.

Für die Anwendung der Computersimulation als Routineverfahren der Bildinterpretation im elektronenmikroskopischen Beugungskontrast ist weiterhin von Bedeutung, daß die Anzahl der tatsächlich zu berechnenden Bildpunkte durch Interpolationsverfahren auf ein Minimum reduziert werden kann. Über das ganze Bild verteilt [4], [46] oder für einzelne Bildsegmente nacheinander [8], wird die Intensität einer minimalen Anzahl von Bildpunkten berechnet. Diese Punkte dienen als Stützstellen, von denen aus das vollständige Bild durch zweidimensionale lineare [3], [8] oder kubische [46] Interpolationsverfahren gewonnen wird. Dabei wird die Intensität eines jeden zu interpolierenden Bildpunkts von zwei verschiedenen Stützstellengruppen aus berechnet und dann nach Vergleich der beiden Interpolationsergebnisse entweder durch den Mittelwert ersetzt, oder, falls die Differenz zu groß ist, durch zusätzliche Integration gewonnen. Die zulässigen Fehler-schranken werden in der Regel durch Testrechnungen festgelegt und so gewählt, daß nur zwischen 5 und 20% aller Bildpunkte direkt berechnet werden.

### Matrizenmultiplikationsverfahren

Im Gegensatz zu den auf der Runge-Kutta-Methode basierenden numerischen Integrationsverfahren kann man Matrizenmultiplikationsverfahren zur Lösung des Beugungskontrastproblems benutzen.

Die Ableitungen der Grundgleichungen dieser Methode zeigt am besten die Arbeitsweise des Thölenschen Verfahrens [47] auf. Es wird von den Howie-Whelanschen Gleichungen in Form der Gl. (8) ausgegangen. Die Größe  $w_{\text{eff}} = w_g + \xi_g \beta'_g$  kann, wenn der Kristall in  $n$  Kristallscheiben gleicher Dicke  $\Delta z = t/n$  eingeteilt wird, in jeder dieser Scheiben als Konstante aufgefaßt werden, sobald die Dicke der Kristallscheiben genügend klein gewählt wird. Für jede der Kristallscheiben läßt sich eine Matrixbeziehung für die ein- und austretenden Wellen in der Form

$$\begin{pmatrix} \Phi_0(z + \Delta z) \\ \Phi_g(z + \Delta z) \end{pmatrix} = M \begin{pmatrix} \Phi_0(z) \\ \Phi_g(z) \end{pmatrix} \quad (22)$$

angeben. Die Koeffizienten  $m_{ij}$  der Matrix  $M$  lassen sich mit Hilfe der Lösungen der Howie-Whelanschen Gleichungen für Idealkristalle konstruieren. Die Matrix  $M$  hängt infolge der Linearität der Differentialgleichungen nicht direkt von  $z$ , sondern nur von  $\Delta z$  und von  $w_{\text{eff}}$  ab. Werden alle Größen auf die Extinktionslänge normiert, so folgt:

$$\gamma_{1,2} = i\pi [w \pm (w^2 + 1 - \xi_g^2/\xi_g'^2 + 2i\xi_g/\xi_g')^{1/2}] \quad (23)$$

$$m_{11} = \frac{1}{\gamma_1 - \gamma_2} [\gamma_1 \exp(\gamma_2 \Delta z) - \gamma_2 \exp(\gamma_1 \Delta z)]$$

$$m_{12} = m_{21} = \pi \frac{i - \xi_g/\xi_g'}{\gamma_1 - \gamma_2} [\exp(\gamma_1 \Delta z) - \exp(\gamma_2 \Delta z)]$$

$$m_{22} = \frac{1}{\gamma_1 - \gamma_2} [\gamma_1 \exp(\gamma_1 \Delta z) - \gamma_2 \exp(\gamma_2 \Delta z)].$$

Für die Amplituden an der Folienoberfläche gilt  $\Phi_i(0) = \delta_{i0}$ , während man die Amplituden an der der Elektronenquelle abgewandten Kristallseite durch Multiplikation der Streumatrizen erhält, die den aufeinanderfolgenden Kristallscheiben zugeordnet werden:

$$\begin{pmatrix} \Phi_0(t) \\ \Phi_g(t) \end{pmatrix} = M_n \cdot M_{n-1} \cdot M_{n-2} \cdot \dots \cdot M_2 \cdot M_1 \cdot \begin{pmatrix} \Phi_0(0) \\ \Phi_g(0) \end{pmatrix} \quad (24)$$

Für die Berechnung eines elektronenmikroskopischen Bilds, bestehend z. B. aus  $\approx 7000$  Punkten, müssen (wenn der Kristall in 200 Scheiben zerlegt wird)  $\approx 3 \cdot 10^6$  Matrizen  $M_i$  berechnet werden (dabei wurde angenommen, daß 80% aller Bildpunkte interpoliert werden). Thölen schlägt vor, für einen Bereich von  $-3,5 \leq w \leq 3,5$  in  $\Delta w = 0,005$  Abständen die Matrizen  $M_i$  zu berechnen und geeignet zu speichern. Bei der Berechnung von Gl. (24) werden diese gespeicherten Matrizen benutzt. Nur für jene Kristallscheiben, für die  $|w_{\text{eff}}| > 3,5$  wird, werden zusätzlich Matrizen berechnet. Durch dieses Vorgehen wird vermieden, daß von den  $3 \cdot 10^6$  Matrizen gleichartige wiederholt berechnet werden. Die für die Berechnung von Gl. (24) notwendige Rechenzeit setzt sich nur noch aus der Zeit für die Multiplikation, für die Berechnung des  $w_{\text{eff}}$  und für das Suchen der zugehörigen Matrix zusammen.

Für die Bestimmung der optimalen Schrittweite  $\Delta z$  ist zu berücksichtigen, daß  $\Delta z$  einerseits genügend klein sein soll, damit  $w_{\text{eff}}$  in  $z, z + \Delta z$  nahezu konstant bleibt, und daß  $\Delta z$  andererseits so groß gewählt wird, daß die Rechenzeit ein Minimum wird. Die Ermittlung einer effektiven Schrittweite geschieht am besten durch einen Vergleich von für verschiedene  $\Delta z$  berechneten Beugungs-kontrastprofilen mit solchen, die mit dem Merson-Verfahren erhalten wurden [8]. Es wird jedoch bei der Berechnung von Beugungs-kontrastintensitäten mit dem Thölen-Verfahren immer einen kleinen Bereich um die Versetzungslinie herum geben, für den die Schrittweite, so klein man sie auch wählt, nicht gestattet, die Ableitung des Verschiebungsfelds infolge der starken Oszillationen im Kerngebiet des Kristalldefekts richtig zu bestimmen. In diesem Gebiet wird es auch immer einen beträchtlichen Fehler geben.

Daß das Auftreten eines Fehlers in der Versetzungsnähe eine besondere Eigenschaft des Thölen-Verfahrens ist, zeigt Bild 4. Die drei Kurven stellen das Profil einer gemischten Versetzung in der Folienmitte mit  $n = 1, m = 0, p = 0,26, v = 1/3$  (bzgl. der Parameter s. Abschn. 3.2.1.) und der Foliendicke  $t = 6 \xi_g$  dar. Man erkennt, daß das fehlerhafte Gebiet auf  $|x| < 0,02 \xi_g$  beschränkt ist, also auf das Kerngebiet der Versetzung, wo die im allgemeinen verwendeten Verschiebungsfelder der linearen

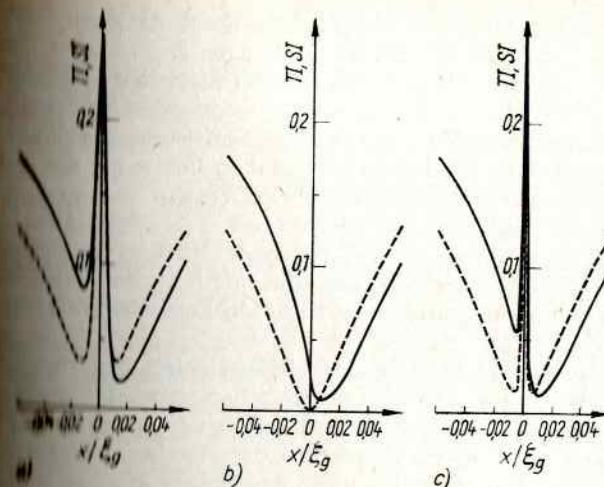


Bild 4. Untersuchung des Verhaltens der Integrationsprozeduren an den Singularitätsstellen der Kristalldefekte

(a) Thölen-Verfahren ( $\Delta z = 10^{-2} \xi_g$ )

(b) Merson-Verfahren ( $\epsilon = 0$ )

(c) Merson-Verfahren ( $\epsilon = 5 \cdot 10^{-7}$ )

Parameter der eingetragenen Versetzung:  $n = 1, m = 0, p = 0,2612, \gamma = 45^\circ, v = 1/3, t = 6 \xi_g, \Delta = 5 \cdot 10^{-4}$

Multizitätstheorie ihre Gültigkeit verlieren. Wird z. B. eine Limitierung der Ableitungen des Verschiebungsfelds an der singulären Stelle ( $\max |\beta_g'| \leq 1/\epsilon$ ) vorgenommen, dann ändert sich das Aussehen des Profils im Bild 4a nicht, während die Berechnung mit dem Merson-Verfahren die Kurve des Bilds 4c ergibt, d. h. ebenfalls im Kerngebiet der Versetzung fehlerhafte Beugungs-kontrastintensitäten liefert. Um die Genauigkeit des Matrizenmultiplikationsverfahrens bei gleicher Rechenzeit zu verbessern, schlägt Thölen vor, die Ableitung des Verschiebungsfelds durch den Differenzquotienten zu ersetzen.

Eine andere Überlegung führt zu einer Modifikation des Thölen-Verfahrens und damit zu einer Rechenzeiteinsparung bei gleicher Genauigkeit: Man kann die beim Merson-Verfahren bewährte Schrittweitenänderung in Abhängigkeit von der Genauigkeit gleich sinngemäß auf das Thölen-Verfahren übertragen. Dazu muß man bedenken, daß die Schrittweite des Thölen-Verfahrens um so größer gewählt werden kann, je größer die Intervalle sind, innerhalb derer  $\beta_g' \approx \text{const}$  gültig ist.

Die Schrittweitenänderung beim Thölen-Verfahren ist verbunden mit der Verwendung der mit der geänderten Schrittweite berechneten Matrizen  $M$ . Um auch weiterhin den Vorteil auszunutzen, der sich aus der vorherigen Berechnung und dem Abschleifen der Matrizen ergibt, ist es nicht möglich, mehrere Schrittweiten zuzulassen, die externe Speicher zu benutzen. Die Speicherkapazität eines Elektronenrechners vom Typ BESM 6 reicht z. B. lediglich aus, um für das Matrizenmultiplikationsverfahren zwei Schrittweiten zuzulassen [8]. Sind diese  $\Delta z_1$  und  $\Delta z_2$  und gilt  $\Delta z_1 < \Delta z_2$ , dann werden 1401 Matrizen für  $\xi_g \cdot \beta_g' = w_{\text{eff}} - w_g$  von  $-3,5$  bis  $3,5$  in  $0,005$  Schritten berechnet, wobei die Schrittweite  $\Delta z_1$  beträgt. Für die Schrittweite  $\Delta z_2$  werden 501 Matrizen berechnet, wobei  $w_{\text{eff}} - w_g = -1,25$  ( $0,005$ )  $1,25$  verwendet wird. Um diese 1902 Matrizen zu speichern, benötigt man 11412 Speicherplätze.

Bei der Berechnung der Beugungs-kontrastamplituden mit der Gl. (24) muß nach jedem Schritt, d. h. nach jeder Multiplikation mit der Matrix  $M_i$ , entschieden werden, mit welcher Schrittweite im nachfolgenden Schritt zu rechnen ist. Dann wird, wie auch beim

einfachen Thölen-Verfahren,  $w_{\text{eff}}$  berechnet und die zu  $w_{\text{eff}}$  gehörende Matrix  $M_i$  gesucht. Gelten bei Schrittweiten  $\Delta z_1$  bzw.  $\Delta z_2$  die Ungleichungen  $|w_{\text{eff}} - w| > 3,5$  bzw.  $|w_{\text{eff}} - w| > 1,25$ , dann müssen die fehlenden Matrizen  $M_i$  zusätzlich berechnet werden.

Das Genauigkeitskriterium, welches entscheidet, mit welcher Schrittweite die gerade anstehende Multiplikation durchzuführen ist, leitet sich aus dem Fehler ab, der bei der Auswahl des Werts  $w_{\text{eff}}$  im Intervall  $z, z + \Delta z$  gemacht wird. Da  $w_{\text{eff}} = w_{\text{eff}}(z) + dw_{\text{eff}}/dz|_{z=\varrho} \cdot \Delta z$  mit  $\varrho \in [z, z + \Delta z]$  gilt, und da weiterhin in  $z, z + \Delta z$  der Abweichungsparameter durch einen konstanten Wert, etwa  $w_{\text{eff}}(z)$ , ersetzt wird, ist der Fehler des Rechenschritts ungefähr proportional zur Ableitung  $dw_{\text{eff}}/dz|_{z=\varrho}$ . Somit ist es sinnvoll, die Schrittweite durch den jeweiligen Anstieg von  $\beta'_g$  in Form des Differenzenquotienten  $(\beta'_g(z + \Delta z) - \beta'_g(z))/\Delta z$  zu steuern.

Die durch das Matrizenverfahren mit zwei Schrittweiten erzielten Rechengeschwindigkeiten sind mit denen bei Anwendung der transformierten Beugungskontrastgleichungen (17) bzw. (21) vergleichbar [8]. Eine weitere Rechenzeiteinsparung mit dem Matrizenverfahren erhält man, wenn ohne Neuberechnung der Matrizen eine Serie von Computersimulationen unter ähnlichen Bedingungen angefertigt wird. Dies ist z. B. bei einer Untersuchung des Kontrastverhaltens eines Kristallbaufehlers dann gegeben, wenn nur die elastischen Parameter und die Lageparameter verändert werden.

### 3.2. Interpretation des computersimulierten Beugungskontrastes ausgewählter Versetzungsbeispiele

Nach der Aufstellung der grundlegenden Beziehungen des Beugungskontrastes und der Diskussion verschiedener Methoden der Computersimulation sollen im folgenden die numerisch berechneten Bildkontraste einiger ausgewählter Versetzungsstrukturen betrachtet werden.

Bedingt durch die große Zahl der möglichen Defekttypen und die Mannigfaltigkeit der Abbildungsbedingungen bei der Untersuchung von Versetzungen im Transmissionselektronenmikroskop sind die verschiedenartigsten Kontrastercheinungen zu erwarten. Die bereits in großer Zahl in der Literatur vorliegenden Kontrastinterpretationen (speziell im Fall geradliniger Versetzungen) erlauben es, in manchen Fällen eine Defektcharakterisierung ohnelangwierige Rechnungen durchzuführen, indem man einen Vergleich mit vorhandenen Beispielen sucht. Aus diesem Grund wird im folgenden auch nur kurz über die Computersimulation geradliniger Einzelversetzungen berichtet (Abschn. 3.2.1.), wobei besonders eine Kontrastdiskussion bei verringerten Absorptionsverhältnissen durchgeführt wird. Während üblicherweise mit  $\xi'_g/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$  gerechnet wird [12], [14], zeigen z. B. Experimente im Höchstspannungsbereich, daß die Verhältnisse  $\xi'_g/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  in vielen Fällen geeigneter sind [23], [37].

Im Abschn. 3.2.2. werden Versetzungsdipole untersucht; im Abschn. 3.2.3. hingegen wird versucht, die Relaxationseffekte kräftefreier Grenzflächen zu berücksichtigen. Hierbei und auch im Fall der gekrümmten Versetzungen im Abschn. 3.2.4. liegen jedoch nur in ungenügendem Maß ausgearbeitete Verschiebungsfelder vor, so daß die Computersimulation auf recht grobe Näherungen angewiesen ist.

#### 3.2.1. Kontrast geradliniger Einzelversetzungen

Die Verschiebungsfelder der geradlinigen Einzelversetzungen können mit Hilfe der linearen Elastizitätstheorie durch analytische Ausdrücke beschrieben werden [48]. Im Fall eines isotropen Mediums folgt aus der Burgersschen Formel

$$u(r, \varphi, z) = \frac{\vec{b}}{2\pi} \varphi + \vec{b}_e \frac{\sin 2\Phi}{4(1-\nu)} + (\vec{b} \times \vec{l}) \left[ \frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln|r| + \frac{\cos 2\Phi}{4(1-\nu)} \right] \quad (25)$$

falls die Versetzung durch die Richtung  $\vec{l}$ , den Burgers-Vektor  $\vec{b}$  und die Poisson-Zahl  $\nu$  gekennzeichnet werden kann. Die Größe  $\vec{b}_e$  stellt die Stufenkomponente von  $\vec{b}$  dar und kann  $\vec{b}_e = \vec{b} - (\vec{b} \cdot \vec{l}) \vec{l}/l^2$  geschrieben werden.  $r, \varphi, z$  ist ein Polarkoordinatensystem mit dem Abstand  $r$  von der Versetzungslinie und dem Winkel  $\varphi$  bezogen auf die Gleitebene, sowie der Koordinate  $z$  in Richtung der Versetzungslinie.

Für Kontrastdiskussionen lassen sich mit Hilfe der Gl. (25) drei wesentliche Parameter definieren [14]:  $n = \vec{g} \cdot \vec{b}$ ,  $p = \frac{2}{3(1-\nu)} \vec{g} \cdot \vec{b}_e / \vec{g} \cdot \vec{b}$  und  $m = \frac{1}{8} \vec{g} \cdot (\vec{b} \times \vec{l})$ . Die dominierenden Kontrasteigenschaften werden durch die Größe von  $n$  festgelegt, z. B. die Anzahl und die Lage der Extrema des Kontrastprofils einer Versetzung, die grundlegenden Auslöschungsbedingungen, das Verhalten von Teilversetzungen ( $n$  ist keine ganze Zahl mehr) usw., während die Größe  $p$  die Abhängigkeit der Kontrastbreite vom Charakter der Versetzungen bestimmt. Die Größe  $m$  beschreibt Abweichungen von der Auslöschungsbedingung, die Richtungsabhängigkeit bei oberflächenparallelen Versetzungen und den Spezialfall  $n = 0$ .

Im Fall anisotroper Medien läßt sich an Stelle der Gl. (25) eine andere Beziehung angeben [48]:

$$u(x_1, x_2, x_3) = \frac{1}{2\pi} \operatorname{Re} \left\{ \sum_a Q_{ak} \ln(x_1 + p_a x_2) \right\}. \quad (26)$$

Hierbei liegt die Versetzung entlang der  $x_3$ -Koordinatenachse, und die Koeffizienten  $Q_{ak}$  folgen aus den Grundgleichungen der linearen Elastizitätstheorie. Es gelten die Beziehungen [12]:

$$Q_{ak} = A_{ka} \cdot L_{aj}^{-1} \cdot B_{ij}^{-1} \cdot b_i, \quad B_{ij} = \operatorname{Im} \{ A_{ia} L_{aj}^{-1} \}, \quad L_{ia} = (c_{i2k1} + p_a c_{i2k2}) A_{ka}$$

$p_a$  bzw.  $A_{ka}$  sind die Eigenwerte bzw. Eigenvektoren von

$$[c_{1111} + (c_{111} + c_{112})p + c_{12k2}p^2] A_k = 0$$

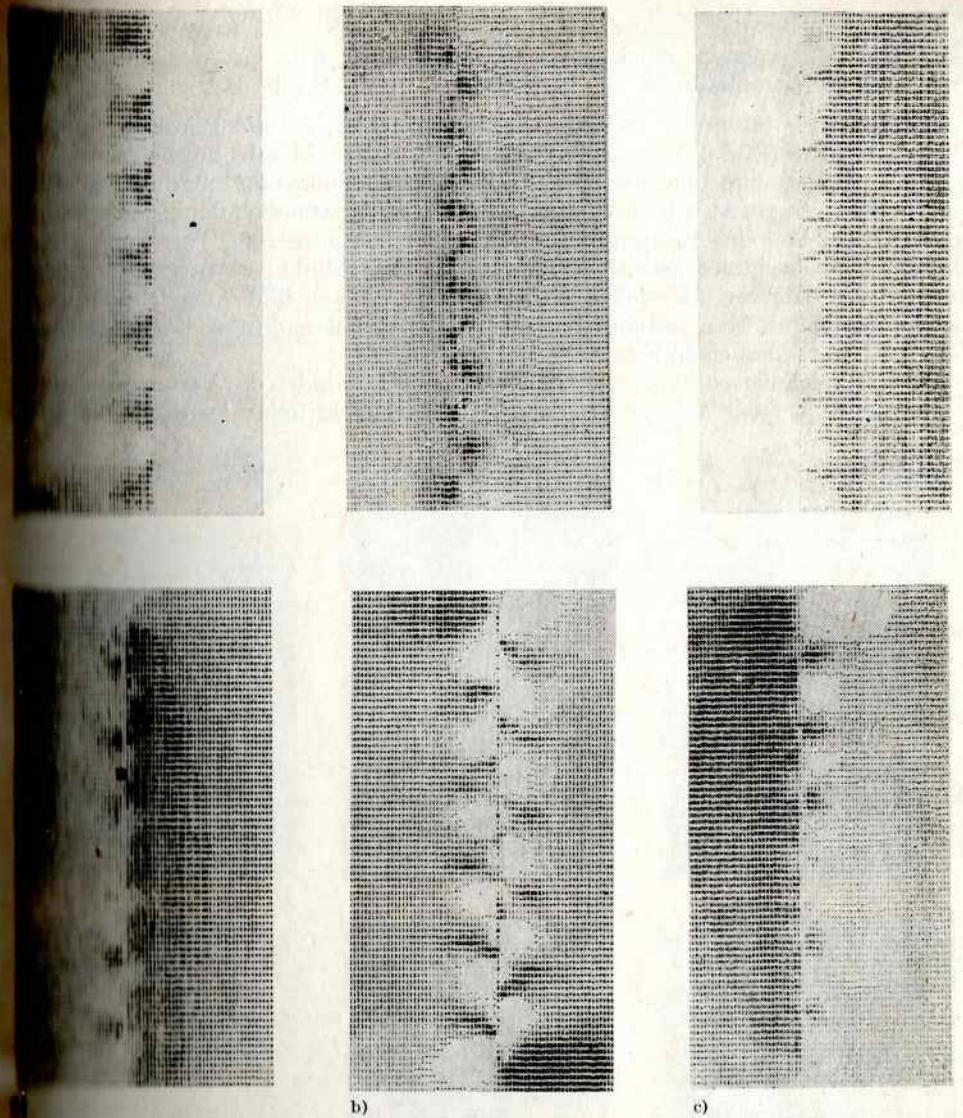
Hierdurch geht der Zusammenhang zwischen Burgers-Vektor  $b_i$ , Richtung der Versetzung  $x_3$  und zugehörigem Bildkontrast verloren, der Kontrast wird wesentlich durch die Materialkonstanten  $c_{ijkl}$  mit bestimmt.

Außer von den genannten, die Versetzung charakterisierenden Parametern, hängt der entstehende Bildkontrast noch wesentlich von der Neigung der Versetzung  $\gamma$  zu den Folienflächen und von den Beugungsparametern, wie Einstrahlrichtung  $e$ , Foliennormale  $n$ , Beugungsvektor  $g$ , Abweichung aus der Bragg-Lage  $W_g$ , Foliendicke  $t$ , Extinktions- und Absorptionskonstanten  $\xi_g, \xi'_g$  und  $\xi''_g$ , ab. So wird z. B. die Oszillation des Versetzungskontrastes entlang einer Versetzungslinie wesentlich durch den Beugungswinkel  $\gamma$  und die Konstanten  $\xi_g$  bzw.  $\xi'_g$  bestimmt, wobei durch  $\xi_g$  und  $\xi'_g$  die Anzahl und Größe der Oszillationen festgelegt wird, während durch  $\gamma$  der Abstand und die Form der Oszillationen gegeben ist.

Die Verkleinerung der Absorption (Vergrößerung von  $\xi'_g$ ) erzeugt z. B. ausgeprägtere Kontrastoszillationen sowie eine stärkere Abhängigkeit des Versetzungskontrastes

von den Parametern, speziell von der Foliendicke und dem Abweichungsparameter. Dies wird anhand der im Bild 5 simulierten Hellfeldbilder (obere Reihe) und Dunkelfeldbilder (untere Reihe) einer unter  $45^\circ$  zur Folienoberfläche liegenden, gemischten Versetzung deutlich. Die Berechnungsdaten entsprechen einem experimentell realisierbaren Fall in MgO: Einstrahlrichtung  $\vec{e} = [001]$ , abbildender Reflex  $\vec{g} = [200]$ , Burgers-Vektor  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ , Versetzungsrichtung  $\vec{l} = [5\bar{1}5]$ , Foliendicke  $t = 6 \xi_g$  und Absorption  $\xi'_0/\xi_g = 20$  sowie  $\xi'_g/\xi_g = 40$ . Es handelt sich somit um eine fast reine Schraubenversetzung in einer  $(10\bar{1})$ -Gleitebene. Parameter der Abbildung ist die Abweichung von der Bragg-Lage, es gilt  $w = 0,47$  im Teilbild a,  $w = 0$  in b und  $w = -0,47$  in c. Man erkennt, daß in allen wiedergegebenen Fällen das Hellfeldbild nahezu symmetrisch und das Dunkelfeldbild nahezu pseudosymmetrisch ist. Verschwindet der Abweichungsparameter ( $w = 0$ ), so zeigt das Dunkelfeldbild exakte Zentralsymmetrie. Diese Aussage gilt stets, wenn  $|n| = 1$  ist (dies folgt auch aus den allgemeinen Symmetriebetrachtungen des Abschn. 3.1.2.). Für  $|n| > 1$  werden die Kontrasterscheinungen unübersichtlicher, zeigen aber das gleiche Symmetrieverhalten, während sich das Symmetrieverhalten im Fall  $n = 0$  vertauscht.

Mit dem Wechsel des Vorzeichens des Abweichungsparameters  $w$  wechselt auch das Versetzungsbild die relative Lage zur Projektion des Versetzungsorts. Die Anzahl der Kontrastoszillationen verändert sich entsprechend der Größe des effektiven Abweichungsparameters. Wie Bild 5 zeigt, geht der Zickzackkontrast des Hellfeldbilds für  $w = 0$  in einen alternierenden Schwarzweißkontrast für  $w > 0$  über. Für  $w < 0$  erhält man nur noch Punktkontrast. Das Dunkelfeldbild zeigt für  $w = 0$  zentralsymmetrische Bildstrukturen, die für  $w \neq 0$  in asymmetrische Schlierenbilder übergehen. Man erkennt, daß für  $w > 0$  die Kontraste an der Folienunterseite, für  $w < 0$  die der Folienoberseite ein Versetzungsbild in bekannter Weise wiedergeben, die anderen Bildbereiche jedoch »verwaschen« erscheinen. Es bleibt zu klären, ob durch die beobachtete Unsymmetrie des Dunkelfeldbilds experimentelle Untersuchungen zum »top-bottom«-Effekt verfälscht werden können. Head [12] berichtet in diesem Zusammenhang, daß eine geringfügige Modifikation der Symmetriebeziehungen auch bei nicht senkrechtem Einfall der Elektronen auf die Folienoberfläche berücksichtigt werden muß. Ein weitaus größerer Einfluß bezüglich des Symmetrieverhaltens ist aber durch eine Änderung der Foliendicke zu erwarten. Durchgeführte Computersimulationen zur Abhängigkeit des Versetzungscontrastes von der Foliendicke unter Zweistrahlbedingungen zeigen einen Übergang vom alternierenden Schwarzweißkontrast zum Zickzackkontrast des Hellfeldbilds, wenn die Foliendicke von ganzzahligen zu halbzahligen Vielfachen der Extinktionslänge übergeht. Das Dunkelfeldbild zeigt zum Hellfeldbild komplementäres Verhalten; für Zwischenwerte der Foliendicke entstehen Zwischenformen des Contrastes. Dabei ist der Kontrast der Versetzungen bei geringerer Absorption besser ausgebildet als bei den üblicherweise verwendeten Absorptionsparametern [8]. Im Bild 6 ist der Hellfeldkontrast einer gemischten Versetzung in Abhängigkeit vom Abweichungsparameter dargestellt, gleichzeitig werden die Absorptionsparameter von  $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$  (oben) auf  $\xi'_0/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  (unten) geändert. Berechnet wurde eine Versetzung mit  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{l} = [1\bar{1}1]$ ,  $\vec{e} = [001]$  und  $t = 6 \xi_g$ ; abgebildet ist die der Folienoberseite zugewandte Hälfte der Versetzung. Der Wert des Abweichungsparameters ist innerhalb einer Spalte unverändert. Es gilt  $w = -0,94$  für Teilbild a,  $w = 0$  für b und  $w = 1,87$  für c. Der Fall  $w = 0$  entspricht der exakten Anregung des Reflexes  $[200]$ , bei  $w = -0,94$  handelt es sich um die symmetrische Einstrahlung, und bei  $w = 1,87$  schneidet die Ewald-Kugel die reziproke Gitterebene im Reflex  $[600]$  (weil hier  $\xi_g = 768 \text{ \AA}$  vorausgesetzt wurde). Für  $w = 0$  ist zu erkennen, daß



6 Computersimulierter Kontrast einer gemischten Versetzung unter  $45^\circ$  zur Folienoberfläche geneigt bei unterschiedlichen Abweichungsparametern  $w=0,47$ (a),  $w=0$ (b),  $w=-0,47$ (c) (oben: Hellfeldabbildung, unten: Dunkelfeldabbildung, Parameter: siehe Text)

bei größerer Absorption (Bild oben) eine Glättung der Zickzackstrukturen für die der Folienoberseite zuzuordnenden Bereiche bedingt. Die Bildbreite, das Verhalten an der Folienoberfläche und die Anzahl der Kontrastoszillationen bleiben erhalten.

Bei Versetzungscontrast mit großen negativen Abweichungsparametern ( $w \approx -1$ ) sind für alle Absorptionsparameter sehr asymmetrische Strukturen in den Hellfeld- und auch in den Dunkelfeldabbildungen (Bild 6a). Dieses Verhalten ist sehr wahrscheinlich darauf zurückzuführen, daß im Fall derartig großer negativer Abwei-

chungsparameter nicht mehr der Reflex  $\vec{g}$  sondern  $-\vec{g}$  für die Entstehung der Zweistrahlfallbilder verantwortlich gemacht werden muß, bzw. daß der Gültigkeitsbereich der Zweistrahlfallnäherung überschritten wurde. Solche Betrachtungen gelten natürlich auch für große positive Abweichungsfehler, wo die Priorität von  $\vec{g}$  auf höhere Reflexe (Bild 6c) übergeht. Für große negative Abweichungsfehler  $w \ll -1$  zeigt die Zweistrahlrechnung schwache helle Kontrastpunkte auf sehr dunklem gleichförmigem Untergrund. Dies bedeutet gegenüber den gewöhnlich dunklen Kontrasten des Hellfeldbilds eine Kontrastumkehr und kann eventuell zur Erklärung der gelegentlich beobachteten hellen Versetzungen im Hellfeldbild herangezogen werden. Die großen positiven Abweichungsfehler führen, wie aus Bild 6c ersichtlich ist, zu einem Verlust an Kontrasteinzelheiten und zu schmaleren, intensitätsschwächeren (»weak-beam«-ähnlichen) Kontrastprofilen. Große Abweichungsparameter  $w$  können zum Verschwinden des Versetzungskontrastes führen; bei der Anwendung der Unsichtbarkeitskriterien ist daher besondere

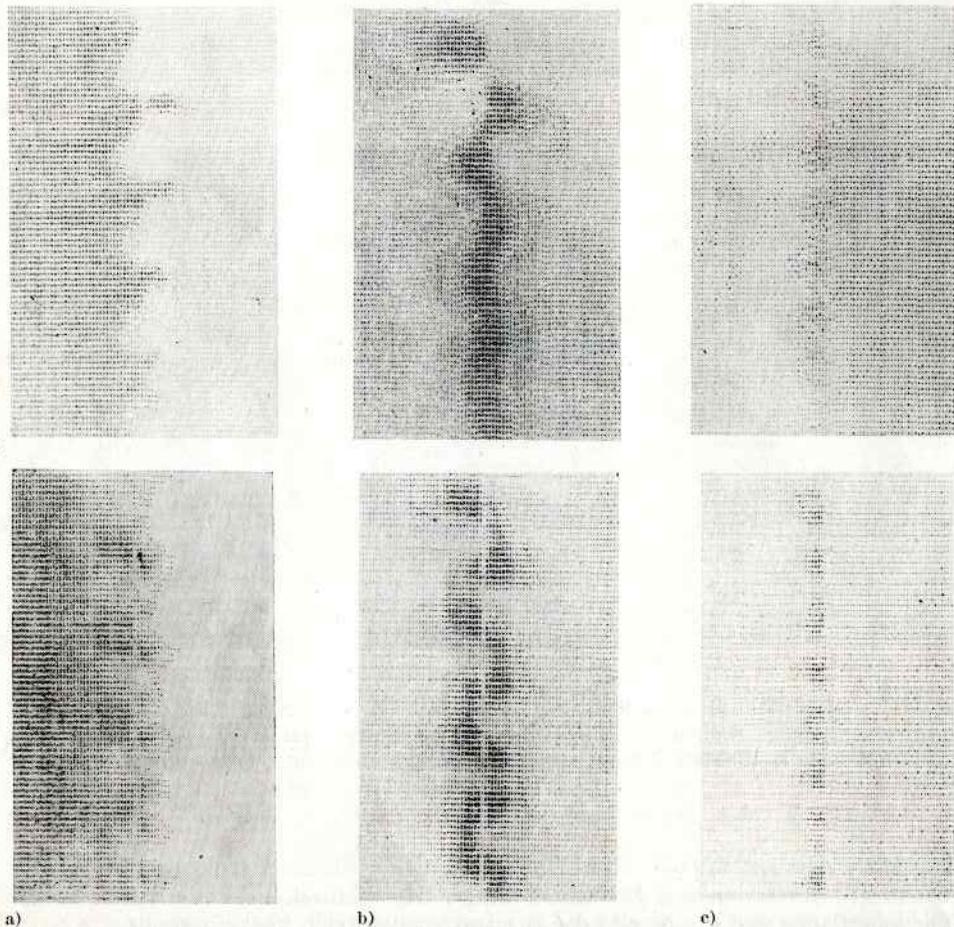


Bild 6. Computersimulierter Hellfeldkontrast einer gemischten Versetzung unter Annahme verschiedener Abweichungsparameter  $w = -0,94$ (a),  $0$ (b),  $1,88$ (c) und Absorptionsparameter  $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$  (oben)  $\xi'_0/\xi_g = 20$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 40$  (unten), weitere Parameter s. Text

Sorgfalt nötig. Zur sicheren Kontrastdeutung erweist es sich oft als vorteilhaft, den Beugungskontrast mit kleinen Abweichungsparametern  $w$  bzw. großen Beugungsvektoren  $\vec{g}$  zu erzeugen. Man erhält auf diese Weise ausgeprägte, aber unübersicht-

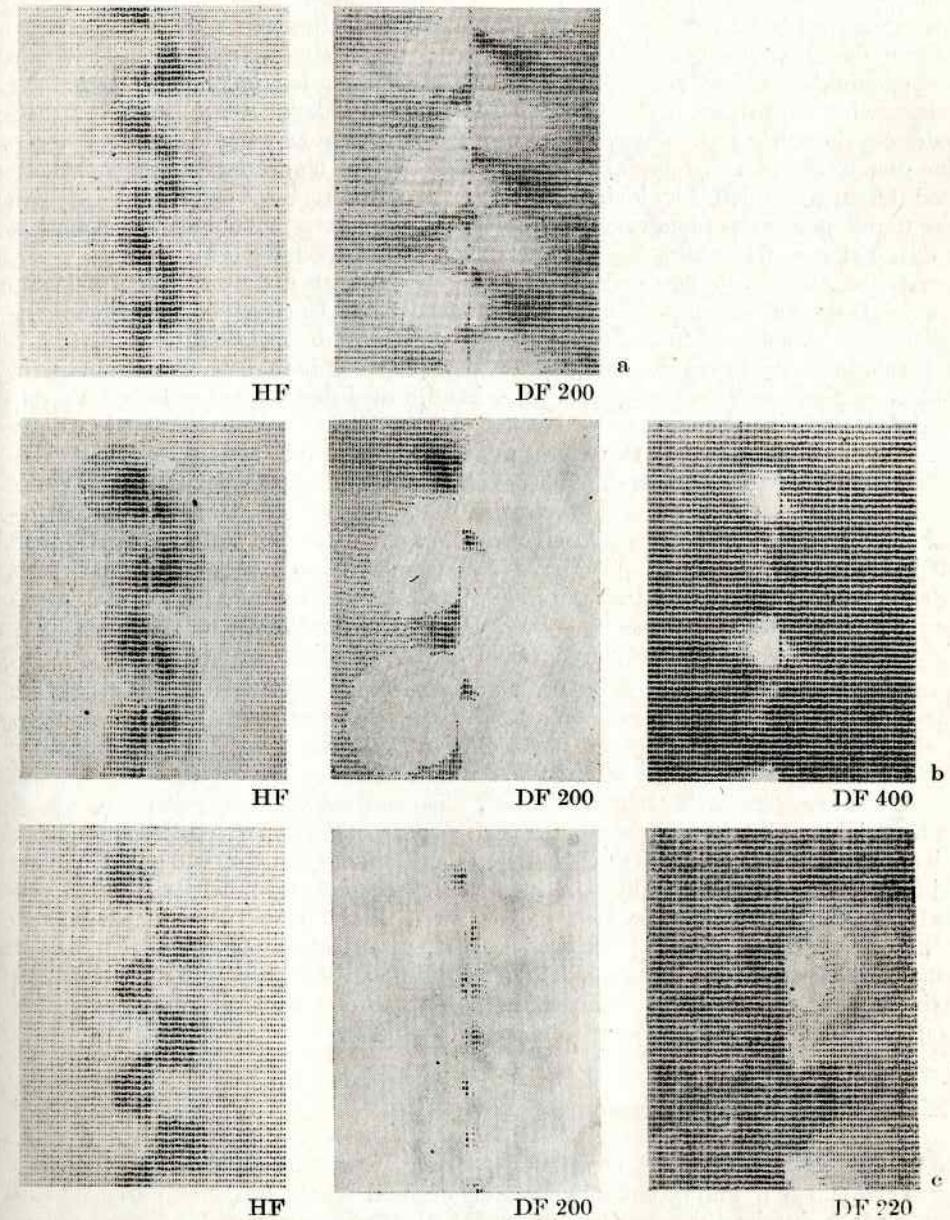


Bild 7. Gemischte Versetzung im Zweistrahlfall (a), im Dreistrahlfall bei systematischer Reflexanregung (b) und im nichtsystematischen Dreistrahlfall (c)

(HF: Hellfeldbild; DF: Dunkelfeldbild mit Reflexbezeichnung)

Parameter:  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{l} = [111]$ ,  $\vec{c} = [001]$ ,  $l = 6 \xi_{200}$ .

$\xi'_0/\xi_{200} = 20$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 40$ ,  $\xi_{200} = 768 \text{ \AA}$ ,  $\xi_{400} = 1739 \text{ \AA}$ ,  $\xi_{220} = 1104 \text{ \AA}$

lichere Kontrastercheinungen, für deren Interpretation allerdings häufig die Computersimulation von Versetzungsabbildungen eingesetzt werden muß. In diesem Zusammenhang seien einige weitere, mit der Computersimulation erhaltene Ergebnisse aufgezählt [10], [11], [12]: Für Teilversetzungen und für dissoziierte Versetzungen wurden modifizierte Auslöschungsregeln gefunden; z. B. sind bei Erfüllung der Bedingungen  $|n| \leq 1/3$  und  $|m| \leq 0,08$  Teilversetzungen in isotropen Medien effektiv unsichtbar. Weiterhin konnte gezeigt werden, daß eine Variation der Poissonsehen Konstante in den Grenzen  $0,17 \leq \nu \leq 0,43$  keine wesentliche Kontraständerung hervorbringt. Dagegen ist die Anisotropiekonstante  $A = c_{44}/(c_{11} - c_{12})$  eine den Kontrast stark beeinflussende Größe, wobei eine ausgeprägte Kontrastbeeinflussung speziell für kleine Werte von  $n$  auftritt. So erhält man im Fall  $n = 0$  mit größer werdender Anisotropiekonstante einen zunehmenden Kontrast und im Fall  $n = 6$  für sehr große  $A$  nahezu Kontrastauslöschung [12].

Bereits im Abschn. 3.1.1. wurden Kontrastercheinungen diskutiert, die auf Mehrstrahlinflüsse zurückzuführen sind. Die wesentlichsten Unterschiede zu Zweistrahlrechnungen können anhand von Bild 7 zusammenfassend dargestellt werden.

Es handelt sich um Computersimulationen im Zweistrahlfall (a) bzw. Dreistrahlfall (b, c) einer gemischten Versetzung im MgO-Kristall, wobei der Winkel zwischen Versetzungslinie und Gleitebenen  $45^\circ$  beträgt und die Richtung des einfallenden Elektronenbündels [001] ist (vgl. Parameter mit Bild 6). Das Bild 7 a zeigt Hell- und Dunkelfeldabbildungen im Zweistrahlfall bei exakter Anregung des Reflexes [200]. Im Fall der Dreistrahlberechnungen sind jeweils das Hellfeld- und beide Dunkelfeldbilder gezeigt, und zwar in der oberen Bildreihe für die systematischen Reflexe [000], [200], [400] bei exakter Anregung des Reflexes [200] (somit  $w_{200} = 0$ ,  $w_{400} \approx 1,9$ ) und in der unteren Reihe für den Dreistrahlfall [000], [200], [220], ebenfalls bei exakter Anregung von [200] ( $w_{200} = 0$ ,  $w_{400} \approx -0,8$ ). Die Extinktionslängen und Absorptionsparameter entsprechen denen von MgO bei 750 kV Beschleunigungsspannung, d. h., es wurde  $\xi'_g/\xi_{200} = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  für alle  $\vec{g}$  gewählt. Die Rechnung bestätigt die Aussagen über die Ergebnisse der Mehrstrahlsimulation von Head [12] bzw. Skalicky u. Papp [27]. Auch hier unterscheidet sich das Hellfeldbild des Dreistrahlfalls der systematischen Reihe (Bild 7b) nicht wesentlich von dem des Zweistrahlfalls (Bild 7a). Der nichtsystematische Dreistrahlfall hingegen zeigt einen anderen Kontrast als vergleichbare Zweistrahlrechnungen (vgl. Bild 7a mit Bild 7c). Weiterhin ergeben sich unterschiedliche Kontrastercheinungen der Dunkelfeldbilder, wie aus dem Vergleich des Zweistrahlbilds (Bild 7a) mit dem entsprechenden Dunkelfeldbild des Dreistrahlfalls der systematischen Reflexreihe (DF<sub>200</sub>, Bild 7b) und dem nichtsystematischen Fall (DF<sub>200</sub>, Bild 7c) ersichtlich ist. Diese Unterschiede dürften darauf zurückzuführen sein, daß im Dunkelfeldbild der Reflexe [400] bzw. [220] Intensitäten zu finden sind, die den [200]-Reflexen »entzogen« wurden. Man kann dies an den sich entsprechenden komplementären Kontrasten erkennen.

### 3.2.2. Kontrast von Versetzungsdipolen

Die Computersimulation von Versetzungspaaren, Versetzungsdipolen, sich kreuzenden Versetzungen, aufgestauten Versetzungen und Versetzungsnetzwerken kann dann einfach durchgeführt werden, wenn die Abstände zwischen den Versetzungen so groß sind, daß die lineare Elastizitätstheorie zur Beschreibung der Verschiebungsfelder ausreicht. Unter dieser Bedingung ist die Anwendung des Superpositionsprinzips der linearen Elastizitätstheorie gerechtfertigt, und die Verschiebungsfelder der Versetzungsanordnungen ergeben sich durch Addition der Verschiebungsfelder der geradlinigen Einzelversetzungen. Dieses Vorgehen soll hier am einfachsten Fall –

parallelen Versetzungen und Versetzungsdipolen – demonstriert werden (weitergehende Betrachtungen s. [8], [10] bis [17]).

Bild 8 stellt parallele Schraubenversetzungen dar, wobei beide Versetzungen in der gleichen Gleitebene im Winkel  $\gamma = 45^\circ$  zur Folienoberfläche verlaufen. Aus Stabilitätsgründen können solche Anordnungen nur unter äußerem Zwang entstehen, z. B. dadurch, daß die beiden Versetzungen zu einem Versetzungsaufstau (pile-up) gehören. Man kann an derartigen Versetzungskonfigurationen vorteilhaft die zu erwartenden Kontrasteffekte diskutieren: Für parallele gleichartige Versetzungen existiert im Hellfeldbild eine Spiegelebene senkrecht zur Längsausdehnung der Versetzungen. Dies gilt in gewissen Grenzen für beliebige Abweichungs- und Absorptionsparameter. Die Änderung des Abstands  $d$  der Versetzungen (s. Bild 8) beeinflusst wesentlich die entstehenden Versetzungscontraste. Für  $d = 1,2 \xi_g$  (Bild 8a) sind beide Versetzungen ungestört abgebildet. Mit zunehmender Verringerung des Abstands (Bild 8b bis d) beeinflussen sich die Versetzungen gegenseitig. Dies führt zu einer Veränderung der Kontrasthöfe um die Durchstoßpunkte der Versetzungen durch die Folienoberfläche, sowie zu einer gegenseitigen Verschiebung des Kontrastes in Längsrichtung ( $0,4 \xi_g \leq d \leq 0,6 \xi_g$ ; s. Bild 8b und c). Im Fall sehr kleiner Abstände ( $d = 0,2 \xi_g$ ; Bild 8d) erfolgt eine teilweise Auslöschung der Kontrastoszilla-

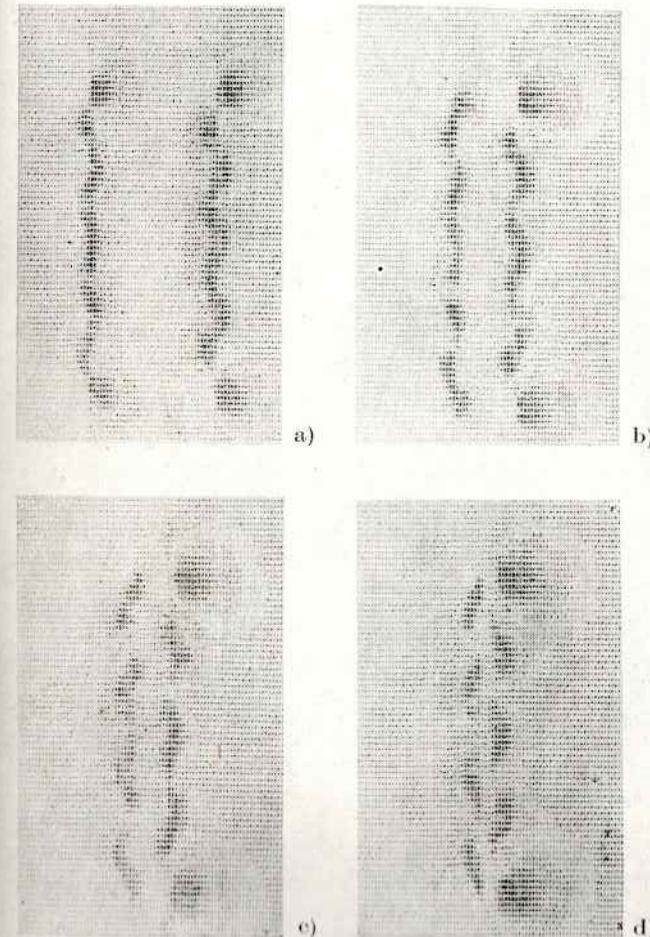


Bild 8. Computersimulierter Bildkontrast paralleler Schraubenversetzungen bei unterschiedlichen Abständen  $d/\xi_g$  der Einzelversetzungen 1,2 (a), 0,6 (b), 0,4 (c) und 0,2 (d)

Parameter:  $n = 1$ ,  $\gamma = 45^\circ$ ,  
 $t = 4 \xi_g$ ,  $\xi'_g/\xi_g = \xi'_R/\xi_R = 10$ ,  
 $w = 0$

tionen der Versetzungen. Außerdem ist bei derartig kleinen Abständen eine Verwechslung des Kontrastes eines Versetzungspaars mit dem einer geradlinigen Versetzung möglich.

Die für die Versetzungspaare erhaltenen Ergebnisse gelten sinngemäß auch im Fall von Versetzungsdipolen, wobei als charakteristisches Symmetrieelement ein Symmetriezentrum auftritt. Wesentliche Kontrasteigenschaften der Versetzungsdipole seien an zwei Spezialfällen diskutiert:

Im Bild 9 sind Stufenversetzungen in Dipolanordnung (Neigung zur Folienoberfläche  $\gamma = 45^\circ$ ) unter der Bedingung  $n = 0$  demonstriert. Als Parameter wurden  $\vec{g} = [040]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{l}_1 = -\vec{l}_2 = [\bar{1}01]$  gewählt, so daß  $m = -0,37$  gilt. Die Foliendicke beträgt  $t = 4 \xi_g$ , und der Abweichungsparameter wurde  $w = 0$  gewählt. In den

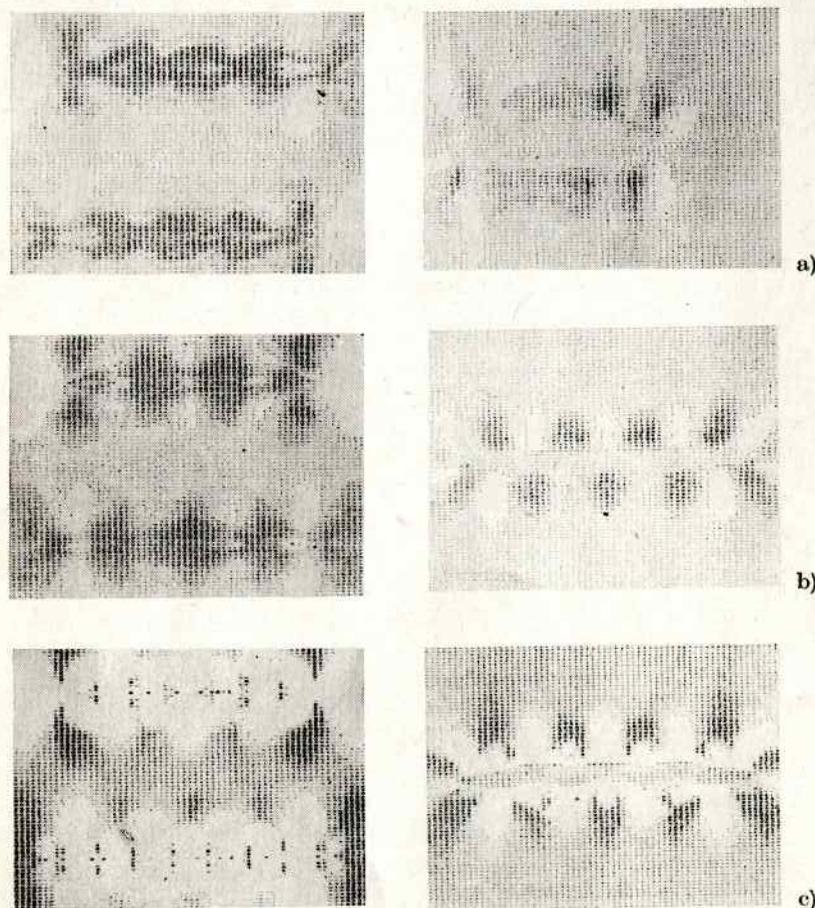


Bild 9. Computersimulierte Stufenversetzungsdipole im Fall  $n = 0$  für die Abstände  $d = 1,8 \xi_g$  (links) und  $d = 0,2 \xi_g$  (rechts)

- a) Hellfeldabbildung bei mittlerer Absorption ( $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$ )  
 b) zugehörige Dunkelfeldabbildung  
 c) Dunkelfeldabbildung bei geringer Absorption ( $\xi'_0/\xi_g = 20$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 40$ )

Parameter:  $\vec{g} = [400]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [011]$ ,  $\vec{l} = [011]$ ,  $\vec{e} = [001]$ ,  $t = 4\xi_g$ ,  $w = 0$

Grenzen  $0 \leq w \leq 0,3$  tritt keine wesentliche Änderung der Kontrastercheinung auf. Für große Versetzungsabstände  $d = 1,8 \xi_g$  (Bild 9, links) werden die Versetzungen ungestört abgebildet. Obwohl  $n = 0$  ist, sind kontrastreiche Versetzungen zu sehen.

Dies sollte auf den großen Betrag des Beugungsvektors  $\vec{g} = [040]$  zurückzuführen sein, der den zu erwartenden schwachen Doppelkontrast in starke kontrastreiche Versetzungsabbildungen verwandelt. Dies betrifft nicht nur die Hellfeldabbildung (Bild 9a), sondern auch die Dunkelfeldabbildungen (Bild 9b mit  $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$  sowie Bild 9c mit  $\xi'_0/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$ ). Wird  $d = 0,2 \xi_g$  gewählt, dann tritt (neben einer Veränderung der Kontrastfeinheiten) eine Abschwächung der Kontraste auf. Bild 9a (rechts) wurde dabei zur besseren Sichtbarkeit mit einem veränderten Abszissenmaßstab berechnet. Die Bildkoordinaten quer zum Dipol wurden um den Faktor 1,9 gestreckt, die Koordinaten in Längsrichtung bleiben erhalten. Die im Bild 9b und c wiedergegebenen Dunkelfeldbilder zeigen stets eine Spiegelebene senkrecht zur Längsausdehnung der Versetzungen als Symmetrieelement. Auch bei kleinen Abständen bleiben die Versetzungen kontrastreich, zeigen aber nicht mehr die breiten, doppelkontrastähnlichen Bilder. Bei geringerer Absorption (Bild 9c) ändern sich die Kontrastercheinungen nicht nur durch das Auftreten einer Vielzahl weiterer heller Kontrastpunkte, sondern bei größeren Abständen tritt in dem hier vorliegenden Sonderfall  $n = 0$  eine Kontrastumkehr auf.

Diese Kontrastercheinungen zeigen in voller Übereinstimmung mit den allgemeinen Symmetriebetrachtungen im Abschn. 3.1.2. ein dem Verhalten der Versetzungen mit  $n = 1$  völlig entgegengesetztes Symmetrieverhalten, wobei die Kontrastumkehr zwischen beiden Dipolversetzungen durch die Vorzeichenumkehr von  $m$  erklärt wird und zur Bestimmung des Typs von Dipolen verwendet werden kann [8].

Im folgenden seien noch unter einer geringen Neigung in der Folie verlaufende Dipole betrachtet. Diese Dipole sind aus Versetzungen geringer Neigung ( $\gamma \approx 20^\circ$ ) aufgebaut und stellen fast reine Stufenversetzungsdipole (Bild 10) dar. Die Versetzungen verlaufen in parallelen Gleitebenen und sind untereinander parallel. Bei einer angenommenen Folienorientierung  $[001]$  und einer vorausgesetzten Gleitebene von  $(101)$  existieren zwei stabile Konfigurationen. Es handelt sich einerseits um zwei in der gleichen Tiefe unter der Folienoberfläche befindliche Versetzungen (Bild 10a) und andererseits um deckungsgleich untereinander liegende Versetzungen (Bild 10b und c). Zur Berechnung wurde weiterhin  $t = 6 \xi_g$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{l} = [\bar{1}61]$ ,  $w = 0,47$ ,  $\xi'_0/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  angenommen. Der Abstand der Versetzungen beträgt  $d = 0,4 \xi_g$  für Bild 10b sowie  $d = 0,1 \xi_g$  für Bild 10a und c.

Die Bildausschnitte der experimentell gewonnenen Dipolabbildungen (durch Phosphordiffusion in Silizium induzierte Defekte) wurden mit davon abweichenden Aufnahmeparametern erhalten. Es werden als mögliche Parameter im vorliegenden Fall  $|n| = 2/j$ ,  $\gamma = 35^\circ$ ,  $p = 1$ ,  $|m| = 0,17/j$  mit  $j = 1, 2, 3, 4$  angenommen, während die berechneten Dipole durch  $|n| = 1$ ,  $\gamma = 20^\circ$ ,  $p = 1,05$  und  $|m| = 0,12$  gekennzeichnet sind. Daraus resultiert  $j = 2$ , d. h. z. B.  $\vec{g} = [2\bar{2}0]$ ,  $\vec{e} = [\bar{1}\bar{1}1]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [010]$  bzw.  $\vec{b} = \frac{1}{2} [100]$  und  $\vec{l} = [101]$  bzw.  $\vec{l} = [0\bar{1}1]$ . Die unterschiedlichen Kontrastfeinheiten im Vergleich der berechneten mit den experimentell gewonnenen Abbildungen ergeben sich im wesentlichen durch die unterschiedlichen Neigungen der Dipolebene zur Folienoberfläche von  $0^\circ$  bzw.  $90^\circ$  im berechneten sowie  $35^\circ$  bzw.  $55^\circ$  im experimentellen Fall.

Im Fall des Versetzungsdipoles (Bild 10a) mit nebeneinanderliegenden Versetzungen ist es möglich, selbst bei  $d < 0,1 \xi_g$  noch Versetzungen getrennt wahrzunehmen; allerdings nimmt mit geringer werdendem Abstand die Sichtbarkeit stark ab. Die Form des Kontrastes bei verschiedenen Abständen ist nahezu unverändert.

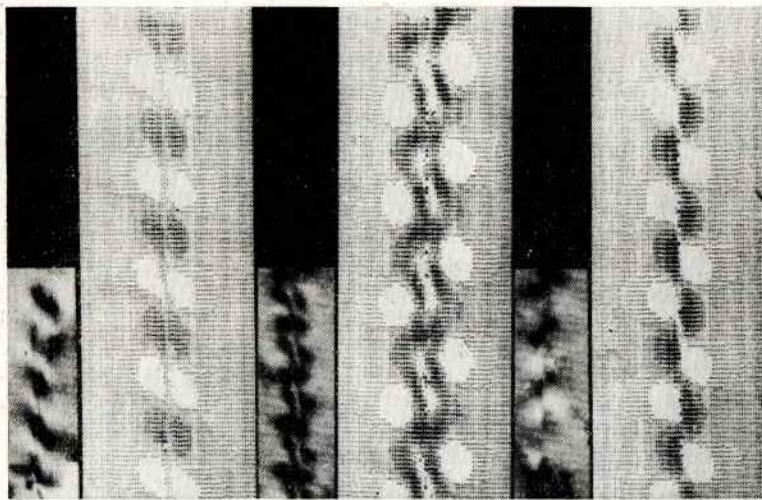


Bild 10. Versetzungsdipole mit vorwiegend Stufencharakter in unterschiedlichen Lage- und Abstandsbeziehungen: Vergleich zwischen computersimulierter Abbildung und elektronenmikroskopischer Aufnahme (phosphordotiertes Silizium)

Abstand  $d/\xi_g$  der Einzelversetzungen: 0,1 (a, c); 0,4 (b)  
 Lage der Dipolebene: horizontal (a), vertikal (b, c)  
 Parameter: s. Text (Aufnahme: H. Baither, IFE Halle)

Anders ist das Verhalten der übereinanderliegenden Versetzungen. Mit einem Abstand von  $d = 0,4 \xi_g$  entstehen recht komplizierte Doppelkontraste, die wahrscheinlich darauf zurückzuführen sind, daß die beiden Versetzungen auf verschiedenen Seiten der Projektion der Versetzungslinie abgebildet werden. Auch der Versetzungskontrast im Bild 10c ist kräftig (vgl. mit Bild 10a). Das Bild zeigt aber, daß es nicht mehr möglich ist, die den Dipol aufbauenden Versetzungen getrennt wahrzunehmen. Das diskutierte Verhalten setzt sich bis nahezu an die Oberflächen der Kristallfolie fort. Man kann anhand des im Bild 10 nicht gezeigten Verhaltens der Versetzungen im oberflächennahen Bereich die vorliegenden Fälle unterscheiden, zu beachten ist aber dabei eine durch die Oberflächenrelaxation entstehende Kontrastmodifikation (s. Abschn. 3.2.3.).

Ähnliche Ergebnisse zeigen auch die in der Literatur veröffentlichten Rechnungen [10] bis [12]. In vielen Fällen erweist es sich als notwendig, die Dipole aus dissoziierten Versetzungen bestehend anzunehmen und den in diesem Fall zwischen den Versetzungen aufgespannten Stapelfehler mit zu simulieren [12]. Derartige Rechnungen ermöglichen z. B. Aufnahmen von der effektiven Unsichtbarkeitsregel für Shockley'sche Teilversetzungen aufzuzeigen und weiterhin die Unsichtbarkeitsbedingung bei Frankschen Teilversetzungen zu erweitern.

### 3.2.3. Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Grenzflächen

In der Nähe innerer Grenzflächen und an Oberflächen wird das Verschiebungsfeld der Kristallversetzungen wesentlich von der im Abschn. 3.2.1. angegebenen Form abweichen, da die zusätzliche Forderung kräftefreier Grenzflächen auf das Verschiebungsfeld rückwirkend Einfluß nimmt. Dieser Einfluß wird an den äußeren Begrenzungsflächen des Kristalls Oberflächenrelaxation genannt und kann näherungs-

weise durch die Berücksichtigung von Netzebenenkrümmungen erfaßt werden [49]. Das heißt, bei der Kontrastberechnung wird der effektive Abweichungsfehler um den Gradienten des Verschiebungsfeldes in Richtung  $\vec{g}$  erweitert:

$$w_g^{\text{eff}} = w_g + \xi_g g \frac{\partial u}{\partial z} + \Theta_B \cdot \xi_g \cdot g \cdot \frac{\partial u}{\partial r_g} \quad (27)$$

$\Theta_B$  Bragg-Winkel

$r_g$  Koordinate in Richtung des Vektors  $\vec{g}$

Eine vollständige Erfassung der Relaxationseffekte sollte mit der Methode der Bildversetzung möglich sein, wobei unter Bildversetzung ein Verschiebungsfeld verstanden wird, welches – zu einer gegebenen Versetzung hinzugefügt – eine kräftefreie Oberfläche erzeugt. Dabei geht man folgendermaßen vor:

Außerhalb des Kristalls denkt man sich spiegelbildlich eine Versetzung angebracht (Spiegelversetzung) und superponiert die Verschiebungsfelder von Versetzung und Spiegelversetzung. Danach werden die Spannungskomponenten an der Oberfläche untersucht; sie verschwinden z. B. vollständig, wenn eine Schraubenversetzung parallel zur Folienoberfläche verläuft. Nichtverschwindende Spannungskomponenten werden mit zusätzlichen Gliedern der Spannungsfunktion beseitigt. Die Spiegelversetzung in Verbindung mit den Zusatztermen der Spannungsfunktion ergibt die Bildversetzung und wird der Kristallversetzung superponiert.

Bei den innerkristallinen Grenzflächen tritt jedoch ein weiteres Problem auf. Die Grenzfläche kann Bereiche unterschiedlichen Streuverhaltens trennen, wodurch beiderseits der Grenzfläche unterschiedliche Parameter wirken, oder sogar ein anderer Mehrstrahlfall zur Berechnung zu verwenden ist.

Wenn ausschließlich durch eine Parametervariation ein Kontrasteinfluß hervorgerufen wird, so läßt sich dies bei der Computersimulation in relativ einfacher Weise berücksichtigen, wie an zwei Beispielen im Bild 11 demonstriert werden soll, wobei das zweite Beispiel eng mit dem Oberflächenproblem zusammenhängt. Durch die Simulation des Beugungskontrastes von Versetzungen bei variablem Abweichungsfehler  $w_g = w_g(x, y)$  bzw. bei variabler Dicke  $t = t(x, y)$  kann das Kontrastverhalten an Bragg-Schlieren (Bild 11 a und b) bzw. bei geneigten Folienoberflächen (Bild 11 c und d) untersucht werden.

Zur Berechnung des Kontrastes der durch Bragg-Schlieren gestörten Abbildung von Versetzungen (Bild 11 a und b) wurden die Abweichungsfehler als lineare Funktionen der vertikalen Bildkoordinate angenommen. Dies bedeutet eine stetige Krümmung der Folie über die gesamte Bildfläche. Für Bild 11 a (gemischte Versetzung,  $n = -1$ ,  $p = 0,6$ ,  $m = -0,1$ ,  $\gamma \approx 26^\circ$ ) wurde als wirkender Bragg-Reflex über die gesamte Bildfläche hinweg der [200]-Reflex verwendet. Der Abweichungsfehler hat in der Bildmitte den Wert  $w = -0,4$  und nimmt linear bis auf  $w = -2,0$  am oberen und  $w = 2,0$  am unteren Bildrand ab bzw. zu. Die Foliendicke beträgt  $6 \xi_g$ , die Absorptionsparameter sind  $\xi'_i/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$ . Im Gegensatz dazu wurde im Bild 11 b berücksichtigt, daß eine Krümmung der Folie über  $w = -0,4$  hinweg zu kleineren  $w$ -Werten dazu führt, daß der Reflex [200] mit einem kleineren Abweichungsfehler  $|w_{200}| < |w_{200}|$  als der Reflex [200] angeregt wird. Aus diesem Grund nimmt  $w$  von  $w = 2,0$  am oberen Bildrand bis auf  $w = -0,4$  in der Bildmitte ab und steigt dann wieder bis auf  $w = 2,0$  am unteren Bildrand an. Gleichzeitig ändert der wirkende Bragg-Reflex das Vorzeichen in der Bildmitte, d. h., in der oberen Bildhälfte wurde mit dem wirkenden Bragg-Reflex  $\vec{g} = [200]$  gerechnet, unten mit  $[200]$ . Die auf diese Weise berechneten Simulationsbilder zeigen im Hellfeldbild symmetrische Bragg-Schlieren und geben das Verhalten der Versetzungen in deren Nähe korrekt wieder. Es ist daraus zu schlußfolgern, daß die Unterscheidung zwischen Versetzungen mit  $n$  ge-

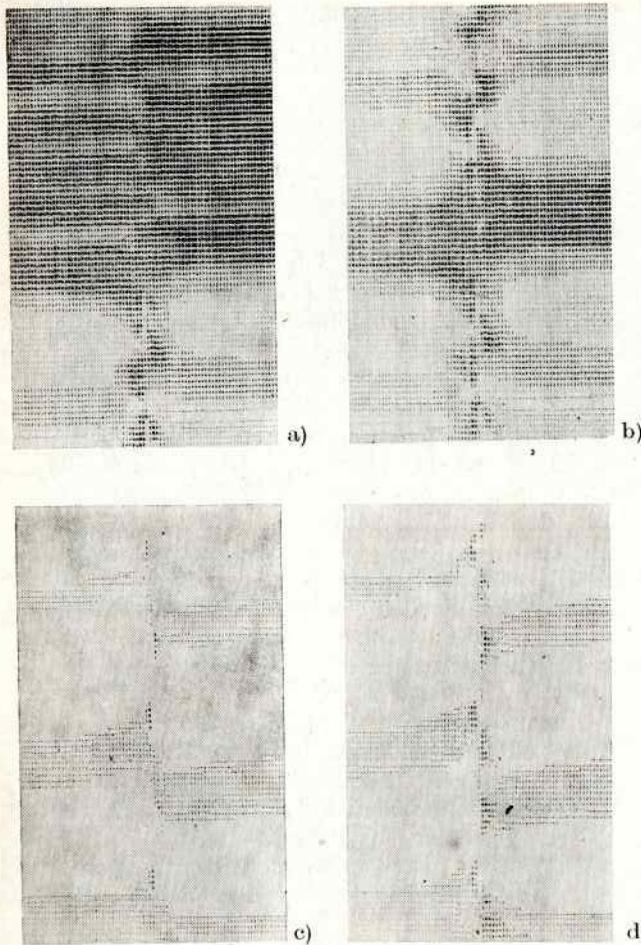


Bild 11. Wechselwirkung von Bragg-Schlieren (a, b) bzw. Dickenkonturen (c, d) mit dem Kontrast geradliniger geneigter Versetzungen (computersimulierte Hellfeldabbildungen)

- a) gemischte Versetzung, abgebildet mit  $\vec{g} = [200]$
- b) gemischte Versetzung, abgebildet mit  $\vec{g} = [200]$  im oberen und  $\vec{g} = [200]$  im unteren Bildbereich
- c) Schraubenversetzung ( $n = 1$ )
- d) Stufenversetzung ( $n = 1$ )

rade und  $n$  ungerade durch das Verhalten beim Durchgang durch Bragg-Schlieren nicht auf dem Vorzeichenwechsel von  $w$  beruht, sondern durch den Wechsel des wirkenden Bragg-Reflexes erklärt wird.

Ähnliche Fragestellungen, wie bei der oben dargelegten Untersuchung der Versetzungskontraste an Bragg-Schlieren, ergeben sich, wenn die Versetzungskontraste durch Dickenkonturen gestört werden, d. h. wenn Versetzungen durch Gebiete verlaufen, deren Dicke sich um mehrere Extinktionslängen ändert.

Bild 11 c und d zeigt den berechneten Versetzungskontrast in Folien, deren Unterseite einen Winkel von  $10^\circ$  mit der Oberseite einschließen, d. h., die Folien haben eine lineare Dickenzunahme in vertikaler Bildrichtung von  $t = 4,5 \xi_g$  an der oberen Bildkante auf  $t = 6,5 \xi_g$  an der unteren Bildkante. In beiden Fällen handelt es sich um Hellfeldabbildungen von geneigten Versetzungen ( $\gamma = 45^\circ$ ) mit  $n = 1$ , wobei im Bild 11c eine Schraubenversetzung und im Bild 11d eine Stufenversetzung simuliert wurden. Die Absorption wurde mit  $\xi'_0/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  angenommen. Die gegenseitige Verschiebung der Extinktionskonturen beiderseits der Versetzungen kann nicht zur Bestimmung des Charakters einer Versetzung genutzt werden. Es zeigt sich jedoch, daß an Schraubenversetzungen (Bild 11c) die Dickenkonturen voll-

kommen getrennt sind, während an Stufenversetzungen (Bild 11d) die Biegungen ineinander übergehen. Die Sichtbarkeit der Versetzungen ist in der Nähe der Dickenkonturen am größten.

Die Computersimulation unter Berücksichtigung der o. g. Relaxationseffekte erfordert einen im Vergleich zur Parametervariation stark erhöhten Rechenaufwand und kann demzufolge nur unter vereinfachten Bedingungen durchgeführt werden. So konnte von Tunstall [49] der Kontrast senkrecht zur Oberfläche stehender Versetzungen (»seen-end-on« Versetzungen) mit der Methode der Netzebenenkrümmung berechnet werden. Ebenso sind einfache Verhältnisse gegeben, wenn Versetzungen parallel zu Grenzflächen oder innerhalb von Grenzflächen verlaufen, z. B. im Fall der oberflächennahen langen Versetzungen, die zur Erklärung der Gleitspurkontraste verwendet wurden [14] oder im Fall der in einer Korngrenze liegenden Versetzungen [50], deren Simulation eine Modifikation der Auslöschungsbedingungen erkennen ließ. Zur Kontrastdeutung dieser oberflächenparallelen Versetzungen genügen im allgemeinen berechnete Versetzungsprofile. Bild 12 zeigt Profilrechnungen für das Hellfeldbild zur Erklärung des Gleitlinienkontrastes im Fall einer oxidbedeckten Aluminiumfolie mit  $\vec{g} = [200]$ ,  $t = 4\xi_g$ ,  $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$ ,  $w = 0$  und einem Verhältnis  $\mu = (\mu' - \mu)/(\mu' + \mu) = 0,78$ , wenn  $\mu'$  bzw.  $\mu$  die Querkontraktion von Oberflächenschicht bzw. Aluminiumfolie beschreiben. Die Gleitspuren werden durch oberflächenparallele Schraubenversetzungen beschrieben mit  $\vec{b} = \frac{1}{2} [110]$ ,  $\vec{l} = [110]$  und einem Projektionsabstand von  $d = 3,4 \xi_g$  (s. Bild 12 unten).

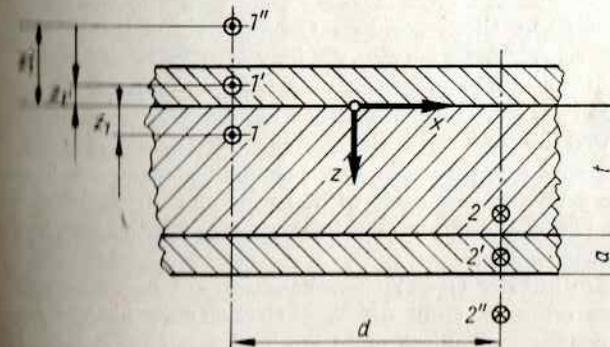
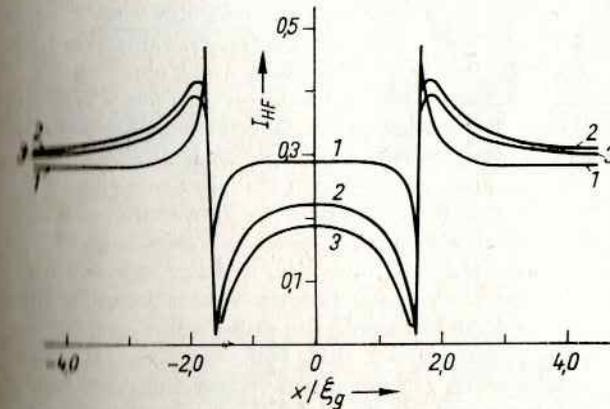


Bild 12. Profilrechnungen zur Oberflächenrelaxation im Fall des Gleitlinienkontrastes, berechnet mit oberflächenparallelen Schraubenversetzungen unter Annahme einer die Oberfläche bedeckenden Oxidschicht  
oben: berechnete Profile  
unten: Geometrie des zur Berechnung benutzten Oberflächenmodells

Im Fall der Kurve 1 (Bild 12) wird die Oberflächenrelaxation nur durch eine an der Oberfläche gespiegelte Versetzung beschrieben: Es gilt  $a = 0$ ,  $Z_1 = -Z_{1'} = Z_{2''} - t = t - Z_2 = 0,05 \xi_g$  und  $b_1 = b_{2''} = -b_2 = -b_{1'} = b$  und  $b_{1'} = b_{2'} = 0$ . Die Kurve 3 berücksichtigt den Einfluß der Oxidschicht auf die »Stärke« der Versetzungen [51]. Es wurde  $a = \infty$ ,  $Z_1 = -Z_{1'} = Z_{2'} - t = t - Z_2 = 0,005 \xi_g$ ,  $b_1 = -b_2 = 1,22 b$ ,  $b_{1'} = -b_{2'} = \alpha b$  und  $b_{1''} = b_{2''} = 0$  angenommen. Im Fall der Kurve 2 schließlich werden zwei Spiegelversetzungen [51] berücksichtigt und die Oxidschicht als kleiner Oberflächenfilm behandelt:  $a = 0,1 \xi_g$ ,  $Z_1 = t - Z_2 = -Z_{1'} = Z_{2'} - t = 2,5 a$ ,  $Z_{1''} = t - Z_{2''} = -4,5 a$ ,  $b_1 = -b_2 = b$ ,  $b_{1'} = -b_{2'} = \alpha b$  und  $b_{1''} = -b_{2''} = -(1 - \alpha^2) b$ .

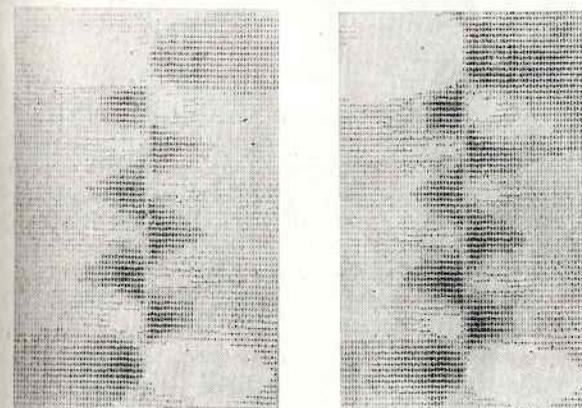
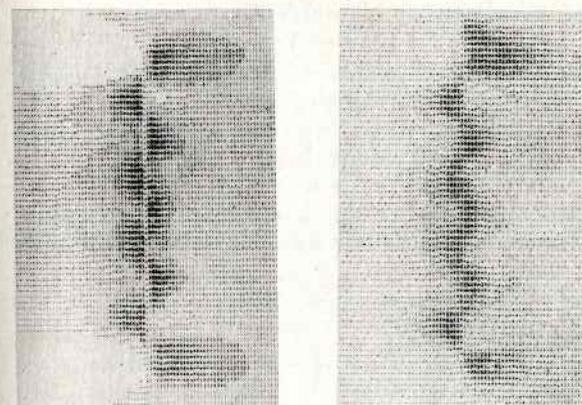
Die Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation durch die verbesserten Modelle (Kurven 2 und 3) gegenüber den einfachen Berechnungen (Kurve 1) ergibt einen geringeren Kontrast des Gleitbands gegenüber dem Umgebungsbereich, wodurch es möglich wird, nicht nur die Gleitspuren, sondern möglicherweise auch die im Kontrast oft dunkler als die Umgebung erscheinenden Gleitbänder zu erklären.

Während Bildversetzungen für parallel zur Grenzfläche verlaufende Versetzungen gut bekannt sind, erfordert die Ermittlung der Zusatzterme der Spannungsfunktion im Fall geneigter Versetzungen aufwendige Rechnungen, so daß oft die recht grobe Näherung der Spiegelversetzungen ohne Zusatzterme zur Kontrastberechnung verwendet wird.

Bild 13 zeigt Schraubenversetzungen, die unter einem Winkel von  $45^\circ$  zur Folienoberfläche geneigt sind, wobei als Parameter  $n = 1$ ,  $w = 0$ ,  $t = 4\xi_g$  und  $\xi'_0/\xi_g = \xi'_g/\xi_g = 10$  gewählt wurden. Spiegelsymmetrisch zur jeweils betrachteten Versetzung in der Kristallfolie wird eine außerhalb der Folie verlaufende, am Durchstoßpunkt der Kristallversetzung beginnende Versetzung angenommen, wodurch versucht wird, den Einfluß der Oberflächenrelaxation näherungsweise zu erfassen. Zum Vergleich sind jeweils Hellfeldbilder und Dunkelfeldbilder gezeigt, und zwar ohne und mit Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation durch eine Spiegelversetzung. Wie aus Bild 13b ersichtlich ist, ergibt die Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation an der Kristalloberseite eine wesentliche Änderung der ersten Kontrastoszillation.

Die Oberflächenrelaxation an der Folienseite zeigt im Prinzip das gleiche Verhalten wie an der Oberseite. Anhand der im Bild 14 simulierten Versetzung wird dies erkennbar. Es handelt sich um Hellfeldabbildungen der gleichen Versetzung wie im Bild 13, wobei nur die Absorption auf  $\xi'_0/\xi_g = 20$  und  $\xi'_g/\xi_g = 40$  geändert wurde. Die Teilbilder 14a und b unterscheiden sich durch den Burgers-Vektor der außerhalb der Folie angebrachten Versetzung: Im Bild 14a wurde die außerhalb liegende Versetzung als Schraubenversetzung angenommen, im Bild 14b wurde der Burgers-Vektor der Kristallversetzung beibehalten, so daß die außen verlaufende Versetzung eine Stufenversetzung darstellt. Dadurch verschwinden nicht die gleichen Spannungskomponenten an der Oberfläche, wodurch das geringfügig andersgeartete Kontrastverhalten erklärt wird. Für hier nicht wiedergegebene Computersimulationen von Stufenversetzungen und von gemischten Versetzungen, die jeweils unter Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation durch die gespiegelten Versetzungen berechnet wurden, sind analoge Ergebnisse zu erwarten. Die sich ergebenden Kontrastercheinungen hängen jedoch davon ab, was konkret unter der gespiegelten Versetzung verstanden wird, d. h. ob bei der Berechnung nur die Versetzungslinie an der Folienseite oder auch der Burgers-Vektor gespiegelt wird. In jedem Fall ergibt sich ein Einfluß der auf diese Weise berücksichtigten Oberflächenrelaxation bis zu einer Tiefe von maximal einer Extinktionslänge.

Eine weitere Möglichkeit, den Einfluß der Oberflächenrelaxation auf den Kontrast bei der Versetzungsabbildung zu erfassen, stellt die Winkelversetzung nach Yoffe (s. Abschn. 3.2.4.) dar. Jedoch genügt auch diese nicht zur vollständigen Beschrei-



a)

b)

Bild 13. Einfluß der Oberflächenrelaxation auf den computersimulierten Kontrast von geneigten Schraubenversetzungen

a) ohne Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation  
b) mit einer gespiegelten Versetzung an der Folienseite  
(oben: Hellfeldabbildungen; unten: Dunkelfeldabbildungen)  
Parameter: s. Text



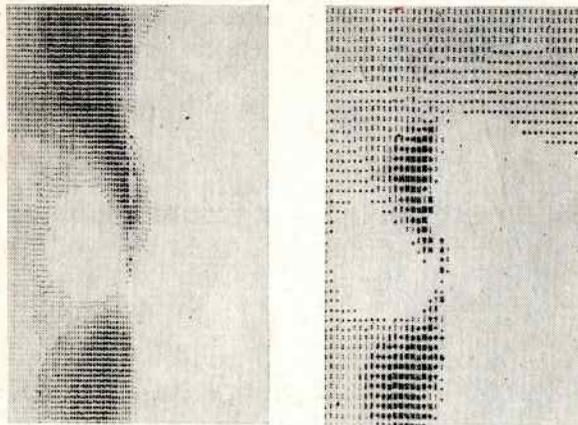
a)

b)

Bild 14. Computersimulation der Hellfeldabbildung einer Schraubenversetzung unter Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation durch eine gespiegelte Schraubenversetzung (a) bzw. Stufenversetzung (b) an der Folienseite

Parameter: s. Text

bung der Bildversetzung. Sie stellt ebenfalls nur eine Spiegelversetzung dar, vergleichbar mit den Spiegelversetzungen von Bild 13. Der Vorteil der Yoffe-Winkelversetzung ist bei der Untersuchung von Kontrastfragen darin begründet, daß sie nicht wie die unendlich lange geradlinige Versetzung eine weitere gespiegelte Versetzung innerhalb des Kristalls – zusätzlich zur äußeren Spiegelversetzung – zur Folge hat. Dadurch wird verständlich, warum bei Verwendung der unendlich ausgedehnten geradlinigen Versetzung als Spiegelversetzung oft eine Vergrößerung des Kontrastpunkts am Ort des Durchstoßens der Versetzung durch die Folienoberfläche erzeugt wird, während die Winkelversetzung normalerweise eine Verkleinerung der Kontrastoszillation hervorruft.

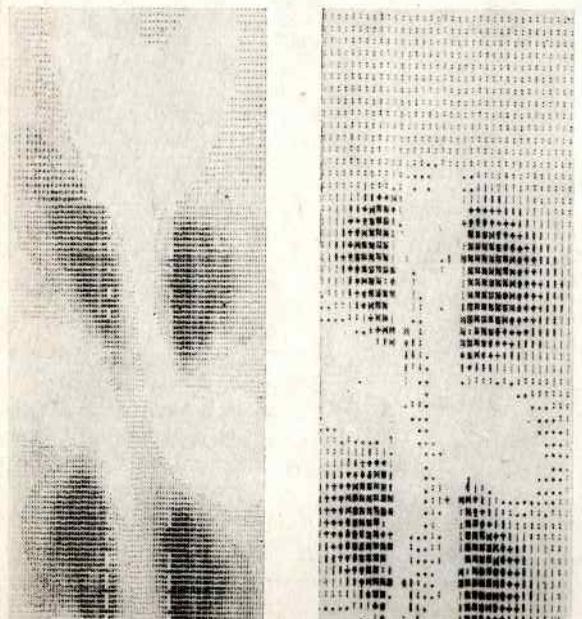


a)

b)

Bild 15. Computersimulierter Kontrast einer Versetzung mit geringer Neigung ohne (a) sowie mit Berücksichtigung (b) der Oberflächenrelaxation durch eine Winkelversetzung

Parameter: s. Text



a)

b)

Bild 16. Computersimulierter Kontrast eines Versetzungsdipols mit geringer Neigung ohne (a) sowie mit Berücksichtigung (b) der Oberflächenrelaxation durch zwei Winkelversetzungen

Parameter: s. Text

Bild 15 zeigt die Kontraständerung um den Durchstoßpunkt einer Versetzung durch die Folienoberfläche, wobei die Oberflächenrelaxation durch die Yoffe-Winkelversetzung berücksichtigt wurde. Das linke Teilbild stellt eine unter  $\approx 10^\circ$  zur Folie geneigte Versetzung mit nahezu Stufenorientierung dar, für deren Berechnung die Oberflächenrelaxation nicht berücksichtigt wurde. Die Parameter sind:  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{l} = [161]$ ,  $\vec{e} = [001]$ ,  $t = 6\xi_g$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 20$  und  $\xi''_g/\xi_g = 40$ . Rechts wurde anstelle der Kristallversetzung ein Schenkel einer Yoffe-Winkelversetzung angenommen, deren Öffnungswinkel  $20^\circ$  beträgt. Der außerhalb der Folie verlaufende Schenkel der Winkelversetzung kann in diesem Fall als die an der Folienoberfläche gespiegelte Versetzung angesehen werden. Es ist deutlich zu erkennen, daß durch die Berücksichtigung der Oberflächenrelaxation in der angegebenen Weise nur die erste Kontrastoszillation verkleinert wurde.

Bild 16 wendet analog zu Bild 15 die Winkelversetzung bei der Berechnung der Oberflächenrelaxation eines Dipols an. Es wurde der bereits im Bild 10a dargestellte Stufendipol geringer Neigung untersucht, wobei hier der Abstand der Versetzungen  $d = 0,4 \xi_g$  beträgt ( $\vec{e} = [001]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{l} = [161]$ ,  $w = 0,47$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 20$ ,  $\xi''_g/\xi_g = 40$  und  $t = 6 \xi_g$ ). Es ist deutlich zu erkennen, daß, ähnlich wie im Bild 15, auch hier ausschließlich die erste Kontrastoszillation verkleinert wurde.

### 3.2.4. Gekrümmte und sich berührende Versetzungen

Ein wichtiges Problem der Grenzflächenuntersuchung mit der Methode des Beugungskontrastes ist das Verständnis des Bildkontrastes von Versetzungsnetzwerken. Obwohl für die Diskussion der Kontrastercheinungen von Versetzungsnetzwerken die Berechnung von sich kreuzenden Versetzungen einen ersten Schritt darstellt, gibt es in der Literatur bisher nur wenige Beispiele der Computersimulation des Beugungskontrastes sich kreuzender Versetzungen, z. B. für parallel zur Folienebene liegende und sich unter einem Winkel von  $90^\circ$  schneidende Schraubenversetzungen [47] bzw. für windschief verlaufende Versetzungen [8], [11]. Andererseits wurden bereits Versuche unternommen, den Kontrast von Versetzungsnetzwerken zu simulieren [52] und die erhaltenen Bilder zur Interpretation von Zwillingsgrenzen, Korngrenzen bzw. kohärenten Interfaces zu benutzen.

Neben geradlinigen Einzelversetzungen, Dipolen, sich kreuzenden oder windschief zueinander verlaufenden Versetzungen, sind auch krummlinige Versetzungen als Konstruktionselemente von Versetzungsnetzwerken nützlich. Ihre Betrachtung sollte zum Verständnis des Kontrastverhaltens komplizierter Defektglomerate vorteilhaft sein. Von Morton u. Head [53] wurden abgewinkelte Versetzungen mit Hilfe der Computersimulation untersucht, wobei die Versetzungssegmente auf verschiedenen, zueinander geneigten Gleitebenen angenommen wurden. Die Versetzungssegmente der verschiedenen Gleitebenen wurden jedoch getrennt berechnet und die computersimulierten Bilder anschließend durch Fotomontage aneinandergesetzt.

Geschlossene Versetzungsringe wurden in verschiedenen Arbeiten (z. B. [54]) simuliert, wobei der Rechnung kreisförmige Versetzungsschleifen zugrunde lagen. Leider konnten damit keine einfachen Regeln zur Bilddeutung abgeleitet werden.

Die Berechnung krummliniger Versetzungen kann näherungsweise durch die Berechnung stückweise geradliniger Versetzungen ersetzt werden, die sich vorteilhaft durch den Versetzungsring nach Kroupa [55] bzw. die Winkelversetzung nach Yoffe [56] darstellen lassen.

Die Winkelversetzung besteht aus zwei geradlinigen Versetzungssegmenten, die einen beliebigen Winkel miteinander einschließen. Falls ein Segment entlang der  $x_3$ -Achse eines rechtwinkligen Koordinatensystems verläuft und der Winkel zwischen den Segmenten  $\alpha$  beträgt, erhält man für die Verschiebungsfeldkomponenten der Winkelversetzung:

$$u_i(x_1, x_2, x_3) = \frac{b_i}{4\pi} \Phi + kx_i \frac{\mu_1 - \mu_3}{r} - k\mu_1 \delta_{3i} + k\mu_3 (\delta_{3i} \cos \alpha + \delta_{2i} \sin \alpha) + (1 - 2\nu) k \ln(r - x_3) (b_2 \delta_{1i} - b_1 \delta_{2i}) + (1 - 2\nu) k \ln(r - \varrho) [b_1 (\delta_{2i} \cos \alpha - \delta_{3i} \sin \alpha) - \mu_2 \delta_{1i}], \quad (28)$$

wobei  $b_i$  die Komponenten des Burgers-Vektors sind und folgende Abkürzungen gelten:

$$k = \frac{1}{8\pi(1-\nu)}, \quad r^2 = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2,$$

$$\eta = x_2 \cos \alpha - x_3 \sin \alpha, \quad \varrho = x_2 \sin \alpha + x_3 \cos \alpha,$$

$$\mu_1 = (b_1 x_2 - b_2 x_1)/(r - x_3), \quad \mu_2 = b_2 \cos \alpha - b_3 \sin \alpha, \quad \mu_3 = (b_1 \eta - x_1 \mu_2)/(r - \varrho)$$

$$\text{und } \Phi = \arctan \frac{x_2}{x_1} - \arctan \frac{\eta}{x_1} + \arctan \frac{x_1 r \sin \alpha}{x_1^2 \cos \alpha + x_2 \eta}.$$

Der Dipol nach *Kroupa* besteht aus einem infinitesimal breiten rechtwinkligen Versetzungsring, wobei eine Kante ins Unendliche verschoben wird.

Die Winkelversetzung nach *Yoffe* ermöglicht auf einfachem Weg eine Simulation abgewinkelter Versetzungen, da der gegenseitige Einfluß im Umgebungsbereich der Abknickstelle Berücksichtigung findet. Weiterhin können im Prinzip beliebige Versetzungsanordnungen durch Superposition abgewinkelter Versetzungen angenähert werden [8]. Mit diesen abgewinkelten Versetzungen lassen sich z. B. die Abwinkelungsbereiche von Dipolen beschreiben, die – ausgehend vom Hindernis – entstehen, wenn sich Versetzungen mit nichtgleitfähigen Sprüngen oder an Hindernissen haftende Versetzungen bewegen.

Bild 17 stellt zum Bild 10 äquivalente Dipole mit gleicher Parameterwahl dar, wobei die Dipolversetzungen in einer Tiefe  $t_0 = 1\xi_g$  (Bild 17a und b) bzw. in einer Tiefe  $t_0 = 1\xi_g + d$  (Bild 17c) in die beiden Arme der sich bewegenden Versetzung umbiegen. Die Lagebeziehungen der Dipolversetzungen sind im Bild gekennzeichnet, die Abstände betragen  $d = 0,1\xi_g$  im Bild 17a und c sowie  $d = 0,01\xi_g$  im Bild 17b. Die Winkel zwischen den Armen der Versetzungen und den nahezu in Stufenorientierung vorliegenden Versetzungen des Dipols betragen für alle Teilbilder  $135^\circ$ . Die abgewinkelten Arme der Dipole entsprechen damit in den Ebenen (110) liegenden Übergangsbereichen der Versetzungen. Bemerkenswerte Kontrasterscheinungen sind der stetige Übergang des Kontrastes des Dipols in den der Versetzung und der einseitig vergrößerte dunkle Kontrastbereich auf den Abbildungen, der sogar vorhanden bleibt, wenn der Kontrast des Dipols verschwindet (s. Bild 17b). Das Verschwinden des Kontrastes im Bild 17b ist auf den geringen Abstand  $d = 0,01\xi_g$  der Dipolversetzungen zurückzuführen.

Der Bereich eines Versetzungsdipols, der an einem Hindernis haftet, kann näherungsweise mit Hilfe eines halbunendlichen Versetzungsringes nach *Kroupa* dargestellt werden. Der Kontrast eines Versetzungssprungs hingegen läßt sich durch die Kombination eines *Kroupa*-Dipols mit einer geradlinigen Versetzung oder durch die Überlagerung zweier Winkelversetzungen nach *Yoffe* berechnen [57].

Bild 18 zeigt computersimulierte Hellfeldabbildungen von Dipolversetzungen, die in einer Tiefe von  $t_0 = 1\xi_g$  unter der Folienoberfläche miteinander verbunden sind, d. h. mit einem Dipol nach *Kroupa* berechnet wurden. Bild 18a entspricht dabei

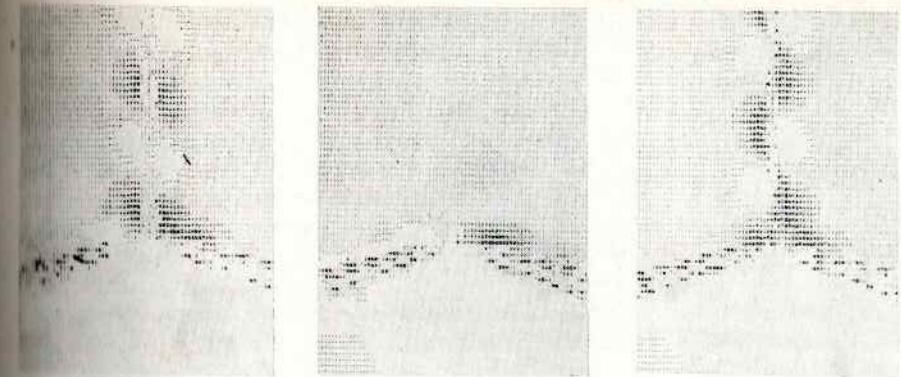


Bild 17. Computersimulation der Hellfeldabbildung abgewinkelter Versetzungsdipole in unterschiedlichen Lage- und Abstandsbeziehungen  
Abstand  $d/\xi_g$  der Einzelversetzungen: 0,1 (a, c); 0,01 (b)  
Lage der Dipolebene: horizontal (a, b), vertikal (c)  
Parameter:  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{l} = [161]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [101]$ ,  $t = 6\xi_g$ ,  $w = 0,47$ ,  $\xi'_0/\xi_g = 20$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 40$ ,  $t_0 = 1\xi_g$

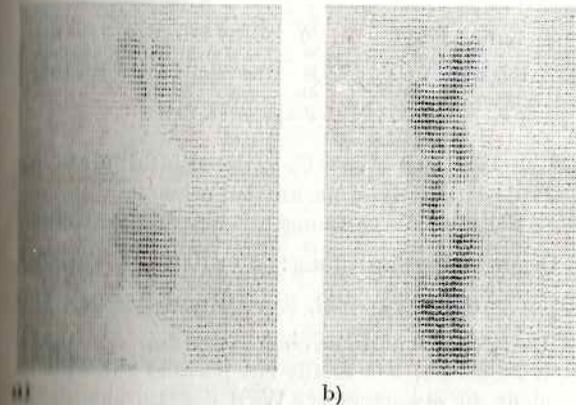
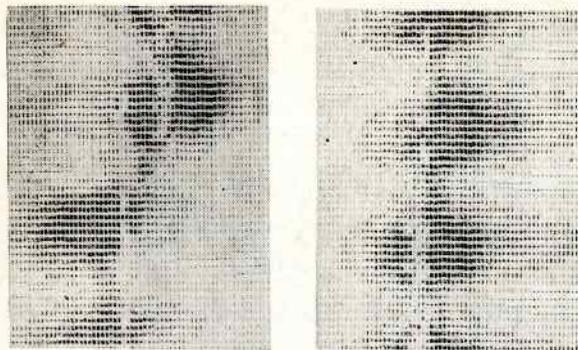


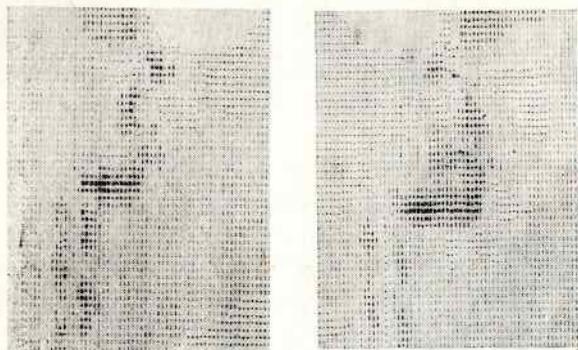
Bild 18. Halbunendliche Versetzungsdipole in unterschiedlichen Lagebeziehungen  
Abstand  $d/\xi_g$  der Einzelversetzungen: 0,1 (a); 0,2 (b)  
Lage der Dipolebene: horizontal (a), vertikal (b)  
Parameter: s. Text

bezüglich der Parameter Bild 10c, wobei abweichend vom Bild 10  $w = 0$  gewählt wurde. Bild 18b stellt den zu Bild 18a analogen halbunendlichen Versetzungsdipol mit  $d = 0,2\xi_g$  dar, dessen Dipolebene senkrecht zur Folienoberfläche angeordnet ist. In beiden Fällen ist zu erkennen, daß die Verbindungselemente zwischen den Versetzungen nicht abgebildet werden und nur einen geringen Einfluß auf den Dipolkontrast ausüben.

Hellfeldabbildungen von Versetzungen mit Versetzungssprüngen sind im Bild 19 wiedergegeben. Unterschiede im Kontrast zwischen Sprüngen, die mit dem *Kroupa*-Dipol aufgebaut wurden und solchen, die durch Winkelversetzungen berechnet wurden, sind vernachlässigbar. Bild 19a stellt eine Versetzung mit folgenden Parametern dar:  $\vec{g} = [200]$ ,  $\vec{c} = [001]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2} [110]$ ,  $\vec{l} = [554]$ . Die Versetzung verläuft in einer Folle mit der Foliendicke  $t = 6\xi_g$ . Es gelten die Absorptionsparameter  $\xi'_0/\xi_g = 10$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 20$  und die Bragg'sche Abweichung  $w = 0$ . Der Versetzungssprung hat die Richtung  $[110]$  und liegt  $t_0 = 2,5\xi_g$  unter der Folienoberfläche. Während im linken Teil des Bilds 19a mit einer Sprunggröße  $d = 0,2\xi_g$  der Versetzungssprung noch di-



a)



b)

Bild 19. Computersimulierte Hoffeldabbildungen von Versetzungs-sprünge in unterschiedlichen Abbildungs- und Abstandsbeziehungen

a) gemischte Versetzungen (geneigt) mit oberflächenparallelem Sprung der Länge  $d = 0,2\xi_g$  (links) bzw.  $d = 0,05\xi_g$  (rechts)  
 b) geneigte Schraubversetzung mit oberflächenparallelem Sprung in unterschiedlichen Abbildungsbedingungen  
 Parameter: s. Text

rekt zu sehen ist, kann man im rechten Teil mit  $d = 0,05\xi_g$  den Einfluß des Versetzungssprungs nur indirekt aus besonderen Kontrastmerkmalen erkennen.

Bild 19b zeigt im linken Bildteil eine Schraubversetzung mit einem oberflächenparallelen Sprung bei folgenden Orientierungsbeziehung:  $\vec{e} = [001]$ ,  $\vec{g} = [220]$ ,  $\vec{b} = \frac{1}{2}[101]$  und  $\vec{l} = [101]$ , sowie  $\xi'_g/\xi_g = 10$ ,  $\xi'_g/\xi_g = 20$ ,  $w = 0$  und  $t = 6\xi_g$ . Der Sprung liegt entlang  $[010]$  in einer Tiefe  $t_0 = 2\xi_g$  und hat eine Länge von  $d = 0,4\xi_g$ . Der Sprung zeigt einen ausgeprägten Kontrast, wie er für ein parallel zur Folienoberfläche liegendes Versetzungssegment zu erwarten ist. Wird der Durchlaufsinus der Versetzung geändert – hier durch  $\vec{b} = \frac{1}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$  für den rechten Teil des Bilds 19b – dann erscheint der Versetzungssprung im Beugungskontrast durch die andersartig an ihn anschließenden Kontrastoszillationen der Versetzung vergrößert abgebildet. Anhand der computersimulierten Abbildungen kann man erkennen, daß bei Abständen  $< 0,1\xi_g$  unter üblichen Zweistrahlbedingungen in den genannten Fällen keine auflösbare Abbildungen der Defektstrukturen möglich sind, so daß nur noch mit Hilfe der Computersimulation von der Abbildung auf die Spezifik der Kristalldefekte geschlossen werden kann.

### 3.3. Überblick über die Kontrastsimulation von Planardefekten und dreidimensionalen Kristallbaufehlern

Grundlegende Kontrasterscheinungen an Planardefekten bzw. dreidimensionalen Kristallbaufehlern können ebenso wie im Fall von Versetzungen durch Kontrastprofile und analytische Abschätzungen gewonnen werden, wobei die Kontrastbe-

rechnung, speziell der Planardefekte, durch die Matrizenformulierung des Zweistrahlfalls wesentlich erleichtert wird. Auf diese Weise gelingt es, für Stapelfehler, Antiphasengrenzen, Zwillingsgrenzen, Moiré-Strukturen, Hohlstellen und einfache kohärente Ausscheidungen grundlegende Kontrastregeln abzuleiten [5].

Schwierigkeiten entstehen immer nur dann, wenn Mehrstrahleinflüsse wirksam werden, sich mehrere Kristalldefekte gegenseitig beeinflussen bzw. wenn Kontrastfeinheiten, speziell im Fall der Ausscheidungen, von Interesse sind. Dann ist das Hilfsmittel der Computersimulation unentbehrlich, wofür im folgenden einige Beispiele genannt werden sollen.

Sich überlappende Stapelfehler können bei geringem Abstand durch einen einzigen Stapelfehler ersetzt werden, wobei dessen Phasenwinkel die Summe der Winkel aller Stapelfehler darstellt. Diese Regel wird allgemein angewendet; es konnte aber mit Hilfe der Simulation des Beugungskontrastes gezeigt werden [58], daß sich drei überlappende Stapelfehler mit Phasenwinkeln von  $2\pi/3$  nur dann vollständig auslösen, wenn sie exakt in einer Ebene liegen. Ähnliche Betrachtungen lassen sich auch für lamellare Ausscheidungen, Mikrozwillinge und die Überlagerung mehrerer Domänengrenzen durchführen.

Profilrechnungen reichen zur Diskussion der Kontrasterscheinungen nicht aus, wenn benachbarte Stapelfehlerebenen unter endlichen Winkeln zueinander verlaufen. Mit der Computersimulation konnte ermittelt werden, daß sich schneidende Stapelfehler eine gemaserte Struktur zeigen und die äußeren Streifen stark deformiert werden. Wenn sich Stapelfehlerkontrast und Dickenstreifen an Keilkanten überlagern, so hilft ebenfalls nur die Simulation des Kontrastes, die Klärung der Erscheinungen herbeizuführen [4]. Eine wichtige Problematik ist die Untersuchung des Einflusses begrenzender Versetzungen auf den Kontrast eines Stapelfehlers. Bei großen Abweichungsfehlern konnte ein Einfluß der Versetzung auf den Stapelfehlerkontrast durch simulierte Bilder selbst dann noch nachgewiesen werden, wenn die Versetzungen fast unsichtbar waren [69].

Die Kontrasterscheinungen dreidimensionaler Kristalldefekte können vollständig nur mit Hilfe der Simulation des Beugungskontrastes erklärt werden, wobei Stapelfehlertetraeder oder räumliche Versetzungsnetzwerke jeweils im Zusammenhang mit den singulären Defekten untersucht werden. Degisher [60] bzw. Sass u. a. [64] zeigten die ersten Kontrastsimulationen von Ausscheidungen in anisotropen Medien und konnten erhebliche Abweichungen – besonders Kontrastasymmetrien – gegenüber den vereinfachenden Profilrechnungen feststellen und experimentell belegen. Lepski [46] geht einen Schritt weiter und vergleicht den Kontrast kugelförmiger Ausscheidungen in anisotropen Medien mit dem Kontrast elliptischer Defekte.

Mit diesen abschließenden Bemerkungen sollte die Bedeutung der Computersimulation auch im Fall der Kontrastdeutung von Planardefekten und von dreidimensionalen Gitterfehlern gezeigt werden.

### Literaturverzeichnis

- [1] Head, A. K.: Austral. J. Phys. 20 (1967), S. 557
- [2] Spring, M. S., u. J. W. Steeds: Phys. stat. sol. 37 (1970), S. 303
- [3] Maher, D. M., C. Perrin u. R. Bullough: Phys. stat. sol. b 43 (1971), S. 707
- [4] Hörl, E. M.: Cryst. Latt. Def. 2 (1971), S. 71
- [5] Parsons, J. R. (ed.): Microscopy of clusters nuclei in defected crystals. Proc. workshop conf., Chalk River, Ontario 1972
- [6] Head, A. K., u. J. W. Sanders: Proc. 8th Intern. Congr. Electron Microscopy, Canberra 1974
- [7] Head, A. K.: Austral. J. Phys. 22 (1969), S. 43 u. 345
- [8] Scheerschmidt, K.: Diss. Martin-Luther-Univ. Halle 1975

- [9] Yoo, M. H., u. B. T. M. Looch: J. Appl. Phys. 43 (1972), S. 1373; Teodosiu, C., V. Nicolae u. H. Pavlen: Phys. stat. sol. a 27 (1975), S. 191
- [10] Skalicky, P.: Phys. stat. sol. a 20 (1973), S. 11
- [11] Schulze, D.: Kristall u. Technik 8 (1973), S. 545
- [12] Head, A. K., u. a.: Computed electron micrographs and defect identification. North-Holland Publ., Amsterdam 1973
- [13] Lepski, D.: Kristall u. Technik 9 (1975), S. 905
- [14] Hirsch, P. B., u. a.: Electron Microscopy of Thin Crystals. Butterworths, London 1965
- [15] Amelinckx, S.: The Direct Observation of Dislocations, Solid state phys. suppl. 6. Academic Press, New York/London 1964
- [16] Amelinckx, S. (ed.): Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science. Proc. Intern. Summer Course Antwerpen 1969. North-Holland Publ., Amsterdam 1970
- [17] Valdre, U., u. A. Zúchichi (ed.): Electron Microscopy in Material Science. Intern. School of Electron Microscopy, Erice 1970. Academic Press, New York 1971
- [18] Wilkens, M.: Phys. stat. sol. 5 (1964), S. 175, (1964), S. 939 u. 13 (1966), S. 5296
- [19] Howie, A., u. Z. S. Basinski: Phil. Mag. 17 (1968), S. 1039
- [20] Carl, S., u. K. Scheerschmidt: Unveröff. Ber.
- [21] Ibers, J. A.: Acta Cryst. 10 (1957), S. 86
- [22] Doyle, P. A., u. P. S. Turner: Acta Cryst. A 24 (1968), S. 390
- [23] Radi, G.: Acta Cryst. A 26 (1970), S. 41
- [24] Moliere, G.: Ann. Phys. 35 (1939), S. 272
- [25] Hall, C. R., u. P. B. Hirsch: Proc. Roy. Soc. 268 (1965), S. 158
- [26] Sheinin, S. S., u. C. D. Ca nm: Phys. stat. sol. b 57 (1973), S. 315
- [27] Skalicky, P., u. A. Papp: Phil. Mag. 25 (1972), S. 177
- [28] Humphreys, C. J., u. a.: Phil. Mag. 23 (1971), S. 87
- [29] Yamato, T., u. a.: JEOL'News 10e (1972), S. 10
- [30] Sandström, R., in: Electron Microscopy 1972. Proc. V. Europ. Congr. Electron Microscopy. Univ. of Manchester, London/Bristol 1972
- [31] Humphreys, C. J., u. A. Hart-Davis in: IV. Congr. Intern. de Microscopie electronique Haute Tension, Toulouse 1975
- [32] Jouffrey, B., u. D. Taupin: Phil. Mag. 16 (1967), S. 703; Colliex, C., B. Jouffrey u. D. Taupin: Phil. Mag. 19 (1969), S. 673
- [33] Howie, A., u. C. H. Sworn: Phil. Mag. 22 (1970), S. 861
- [34] Holmes, S. M., D. J. H. Cockayne u. J. L. F. Ray: Proc. 8th Intern. Congr. Electron Microscopy, Canberra 1974
- [35] Kamiya, Y., u. R. Uyeda: J. Phys. Soc. Jap. 16 (1961), S. 1361
- [36] Melander, A., u. R. Sandström: Proc. 8th Intern. Congr. Electron Microscopy, Canberra 1974
- [37] Gleichmann, R.: Diss. Martin-Luther-Univ. Halle 1976
- [38] Gjønnes, J.: Acta Cryst. 15 (1962), S. 703
- [39] Gevers, R.: Phil. Mag. 7 (1962), S. 59 u. 651 u. 8 (1963), S. 769
- [40] Hirsch, P. B., A. Howie u. M. J. Whelan: Phil. Trans. Roy. Soc. 252 (1960), S. 499
- [41] Cockayne, D. J. H., J. L. F. Ray u. M. J. Whelan: Phil. Mag. 20 (1969), S. 1265
- [42] Ball, C. J.: Phil. Mag. 9 (1964), S. 541
- [43] Pogany, A. P., u. P. S. Turner: Acta Cryst. A 24 (1968), S. 103
- [44] Humble, P.: Austral. J. Phys. 21 (1968), S. 325
- [45] Merson, R. H.: Proc. Conf. Data Processing and Automatic Computing Machines 1957 S. 110/1-110/6
- [46] Lepski, D.: Phys. stat. sol. a 23 (1974), S. 543 u. 24 (1974), S. 99
- [47] Thölen, A. R.: Phil. Mag. 22 (1970), S. 175
- [48] Hirth, J. P., u. J. Lothe: Theory of Dislocations. McGraw Hill, New York 1968
- [49] Tunstall, W. J., P. B. Hirsch u. J. Steeds: Phil. Mag. 9 (1964), S. 99
- [50] Humble, P., u. C. T. Forwood: Phil. Mag. 31 (1975), S. 1011 u. 1025
- [51] Head, A. K.: Phil. Mag. 44 (1953), S. 92
- [52] Thölen, A. R.: Phys. stat. sol. a 2 (1970), S. 537
- [53] Morton, A. J., u. A. K. Head: Phys. stat. sol. 37 (1970), S. 317
- [54] Bollough, R., D. M. Maher u. C. Perrin: Phys. stat. sol. b 43 (1971), S. 689
- [55] Kroupa, F.: Phys. stat. sol. 9 (1965), S. 27
- [56] Yoffe, E. H.: Phil. Mag. 5 (1960), S. 161
- [57] Heydenreich, J., u. K. Scheerschmidt: Acta Cryst. A 31 Suppl. 3 (1975), S. 261
- [58] Humble, P.: Phys. stat. sol. 30 (1968), S. 183 u. 32 (1969), S. 905
- [59] Clarebrough, L. M.: Austral. J. Phys. 24 (1970), S. 79
- [60] Degischer, H. P.: Phil. Mag. 26 (1972), S. 1137
- [61] Sass, S. L., T. Mura u. J. B. Cohen: Phil. Mag. 16 (1967), S. 679

## 4.

### Interpretation und Computersimulation von Elektronenbeugungsdiagrammen

W. Neumann: Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften der DDR, Halle/Saale

Für die Untersuchung der Struktur, Morphologie und chemischen Zusammensetzung von Phasengrenzen ist die Kombination der elektronenmikroskopischen Abbildungstechnik mit der Elektronenbeugung ein geeignetes Hilfsmittel. Dabei besteht ein wesentlicher Vorteil darin, daß im Elektronenmikroskop ein sofortiger Wechsel von der Abbildung auf das Beugungsbild derselben Probenstelle möglich ist. Im Bild 1 sind die Strahlengänge für Abbildung und Beugung in einem dreistufigen Elektronenmikroskop dargestellt. Es ist ersichtlich, daß die Abbildung des Objekts in der Bildebene und das Beugungsbild in der hinteren Brennebene der Objektivlinse entsteht. Je nach Erregung der Zwischenlinse kann entweder die Bildebene des Objektivs oder die hintere Brennebene des Objektivs in der Registrierebene abgebildet werden, so daß man wahlweise das Bild bzw. Beugungsbild erhält.

Die vollständige Auswertung von komplexen Beugungsdiagrammen ermöglicht z. B. Aussagen über das Auftreten und die chemische Zusammensetzung von kristallinen

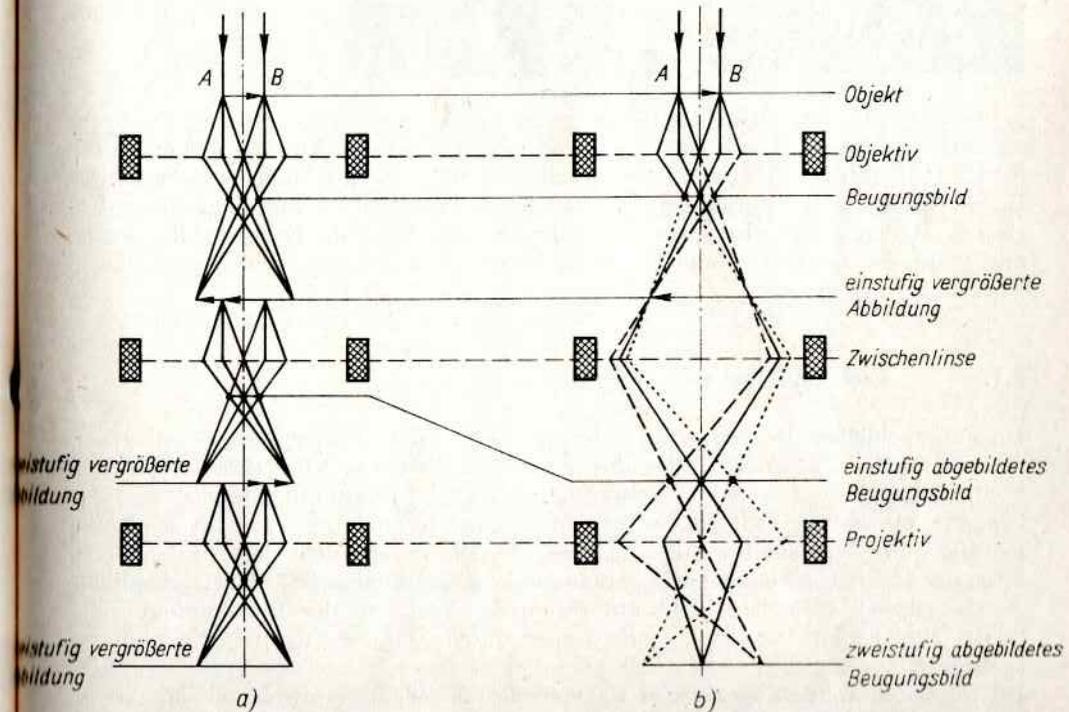


Bild 1. Strahlengänge in einem dreistufigen Elektronenmikroskop

a) für Abbildung      b) für Elektronenbeugung mit Zwischenabbildung

Phasen, Ausscheidungen, Zwillingen, Mehrfachzwillingen und über Orientierungsbeziehungen usw. Die Interpretation solcher komplexer Beugungsdiagramme ist gewöhnlich äußerst schwierig und zeitaufwendig. Bild 2 zeigt verschiedene komplexe Beugungsdiagramme des Systems Silber – Gold [1], [2]. Neben den intensitätsstarken Reflexen des Goldkristalls sind im Diagramm Zusatzreflexe vorhanden, die beispielsweise auf Zwillingsbildung, Mehrfachverzwillingung und das Auftreten von Überstrukturen [3] zurückzuführen sind. In zunehmendem Maß erfolgt die Interpretation derartiger komplexer Beugungsbilder mit Hilfe geeigneter Computerprogramme.

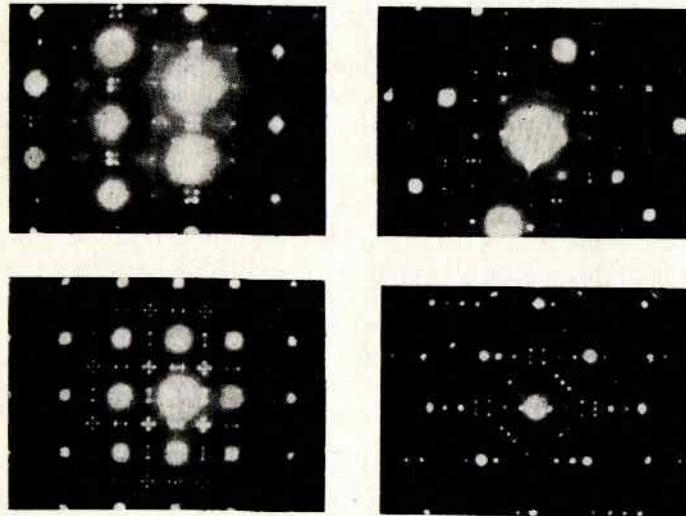


Bild 2. Beugungsstrukturen im System Ag—Au nach [1], [2]

Ausführliche Darstellungen der für die Analyse von Beugungsdiagrammen notwendigen Grundlagen sind in den Standardwerken der Elektronenmikroskopie enthalten [4] bis [10]. In diesem Abschnitt sollen die prinzipiellen Zusammenhänge zwischen Interpretation und Computersimulation der Elektronenbeugungsdiagramme dargestellt werden. Dabei wird zunächst auf die für die Analyse der Beugungsdiagramme mit Hilfe der Computersimulationstechnik notwendigen allgemeinen Grundlagen kurz eingegangen.

#### 4.1. Elektronenbeugungsdiagramme

Die gebräuchlichen Methoden der Interpretation von Elektronenbeugungsdiagrammen verwenden die Konstruktion des reziproken Gitters und der Ewaldschen Ausbreitungskugel. Die folgenden Betrachtungen beziehen sich auf die Durchstrahlungsbeugung, obwohl die meisten Beugungsphänomene in analoger Weise für die Reflexionsbeugung betrachtet werden können [11]. Die unterschiedlichen Entstehungsarten der Elektronenbeugungsdiagramme sind im Bild 3 dargestellt. Unterschiedliche Beugungstypen entstehen nicht nur durch die Variation der Probenorientierung relativ zum Elektronenstrahl, sondern auch durch Änderung der Beschleunigungsspannung.

Im folgenden werden spezifische Phänomene der Beugung sowohl mit langsamen Elektronen (LEED) als auch mit höher energetischen Elektronen (HVED) nicht berücksichtigt, obwohl die Struktur der Beugungsdiagramme auch in diesen Fällen auf ähnliche Weise behandelt werden kann.

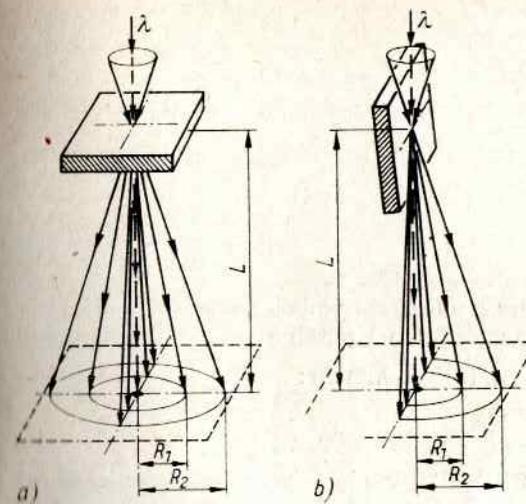


Bild 3. Beugungsstrahlengänge  
a) Durchstrahlungsbeugung  
b) Reflexionsbeugung

#### 4.1.1. Grundlegende kinematische Betrachtungen

Aus der kinematischen Theorie der Elektronenbeugung folgt, daß die Amplitude der aus den Gitterbausteinen eines Kristalls gestreuten Elektronenwelle als phasenrichtige Überlagerung der Atomformamplituden  $f_j(\theta)$  geschrieben werden kann:

$$\Phi_{\vec{g}} = \sum_j f_j(\theta) e^{-2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{R}_j} \quad (1)$$

Die Atomformamplituden  $f_j(\theta)$  beschreiben das Streuvermögen der Atome  $j$  an den Orten  $\vec{R}_j$  in Abhängigkeit vom Streuwinkel  $\theta$ . Die Vektoren  $\vec{g}$  sind die reziproken Gittervektoren und  $\vec{s}$  ist der Abweichungsparameter. Eine Einteilung des Kristalls in identische Einheitszellen mit dem Ursprung  $\vec{r}_n$  ermöglicht die Schreibweise

$$\Phi_{\vec{g}} = F_{\vec{g}} \cdot \sum_n e^{-2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}_n} \quad (2)$$

In diesem Fall wird über die Einheitszellen  $n$  summiert, wobei der Strukturfaktor, genau genommen die Strukturamplitude

$$F_{\vec{g}} = F(hkl) = \sum_k f_k(\theta) e^{-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{q}_k} \quad (3)$$

durch Summation über eine Elementarzelle ermittelt wird. Hierbei sind die  $\vec{q}_k$  die Orte der Atome in der Elementarzelle, bezogen auf den Gitterpunkt  $\vec{r}_0$  als den Ursprung von  $\vec{q}_k$ , d. h., es gilt  $\vec{R}_j = \vec{r}_n + \vec{q}_k$ . In dieser Form ergibt sich für den reziproken Gittervektor die Darstellung  $\vec{g} = h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^*$  und für die Vektoren zum Ursprung der Elementarzelle  $\vec{r}_n = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c}$  mit ganzzahligen Koeffizienten. Die Größen  $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$  bzw.  $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$  sind die Basisvektoren des Kristall- bzw. reziproken Gitters. Die Definitionsgleichungen für das reziproke Gitter lauten:

$$\vec{a}^* = \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{V_c}, \quad \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{V_c}, \quad \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{V_c} \quad (4)$$

Für die Volumina der Elementarzellen des Gitters bzw. reziproken Gitters gilt:

$$V_c = \vec{a} \cdot (\vec{b} \times \vec{c}), \quad V_c^* = \vec{a}^* \cdot (\vec{b}^* \times \vec{c}^*), \quad V_c = \frac{1}{V_c^*} \quad (5)$$

Werden die aufspannenden Vektoren des Kristallgitters mit  $\vec{a}_i$  und die des reziproken Gitters mit  $\vec{a}^i$  bezeichnet, so lassen sich die Bedingungsgleichungen zusammenfassen:

$$\vec{a}^i = \frac{\vec{a}_j \times \vec{a}_k}{V_c} \quad (i, j, k = \text{zykl. } 1, 2, 3) \quad (6)$$

mit  $V_c = (\vec{a}_1 \vec{a}_2 \vec{a}_3)$ . Unter Verwendung des Kronecker-Symbols ist  $(\vec{a}_i \vec{a}^k) = \delta_i^k$ . Aus diesen Beziehungen kann für den ungestörten Kristall abgeleitet werden, daß  $\vec{g} \cdot \vec{r}_n$  eine ganze Zahl wird, so daß sich Gl. (2) vereinfacht:

$$\Phi_g = F_g / V_c \int e^{-2\pi i \vec{s} \cdot \vec{r}} d\vec{r} \quad (7)$$

Die Auswertung des Beugungsintegrals (Gl. 7) für ein allgemeines Parallelepiped (orthogonales System), dessen Kanten  $A, B, C$  parallel zu den Richtungen  $x, y, z$  sind, ist elementar durchführbar und ergibt die Verteilung der Amplitude im reziproken Raum.

$$\Phi_g = F_g / V_c \int_0^A \int_0^B \int_0^C e^{-2\pi i (s_x x + s_y y + s_z z)} dx dy dz$$

$$|\Phi_g| = \frac{F_g}{V_c} \frac{\sin \pi A s_x}{\pi s_x} \frac{\sin \pi B s_y}{\pi s_y} \frac{\sin \pi C s_z}{\pi s_z} \quad (8)$$

Die Parameter  $s_x, s_y, s_z$  sind die Komponenten des Vektors  $\vec{s}$  entlang den  $x, y, z$ -Richtungen. Die Intensitätsverteilung an einem reziproken Gitterpunkt ist proportional dem Produkt  $|\Phi_g|^2 = \Phi_g \cdot \Phi_g^*$ . In Abhängigkeit von der Gestalt der Kristallpolyeder ergeben sich unterschiedliche Intensitätsverteilungen. Bei der Durchstrahlung dünner Folien senkrecht zum Elektronenstrahl ( $A \rightarrow \infty, B \rightarrow \infty, C = t =$  Foliendicke) muß die Bedingung  $s_x = s_y = 0$  erfüllt sein, und es entsteht eine Intensitätsverteilung  $I \sim (\sin \pi s_z t / \pi s_z)^2$  in Form eines reziproken Gitterstabs (spike) senkrecht zur Folienebene. Diese Intensitätskurve hat ein Maximum an der Stelle  $s_z = 0$ . Die Höhe dieses Maximums ist proportional zu  $t^2$ , die Breite des Maximums umgekehrt proportional zur Foliendicke  $t$ . Die Intensitätskurve zeigt also, daß eine merkliche Intensität nur für die Richtungen auftritt, wo die Kurve Maxima aufweist. Dies ist dann der Fall, wenn die bekannten Laue-Gleichungen erfüllt sind:

$$\Delta k \cdot \vec{a} = h, \quad \Delta k \cdot \vec{b} = k, \quad \Delta k \cdot \vec{c} = l. \quad (9)$$

$$\Delta k = \vec{k} - \vec{k}_0$$

$\vec{k}_0, \vec{k}$  Wellenvektoren der einfallenden bzw. gestreuten Welle

Intensitätsstarke Reflexe treten nach Gl. (9) immer dann auf, wenn  $\Delta k = \vec{g} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$  ist. Mit  $|\vec{g}| = 1/d_{hkl}$  und  $\Delta k = 2 \sin \Theta / \lambda$  ergibt sich die Bragg'sche Gleichung  $\lambda = 2d \sin \Theta$ .

Das reziproke Gitter liefert nur die Lage der Beugungspunkte, gestattet aber keine Aussagen über die Reflexionsbedingungen. Für die Bestimmung der möglichen Reflexe bei vorgegebenen Beugungsbedingungen (Wellenlänge  $\lambda$ , Orientierung der Probe zum Elektronenstrahl) wird das Konzept der Reflexionskugel, der Ewald'schen

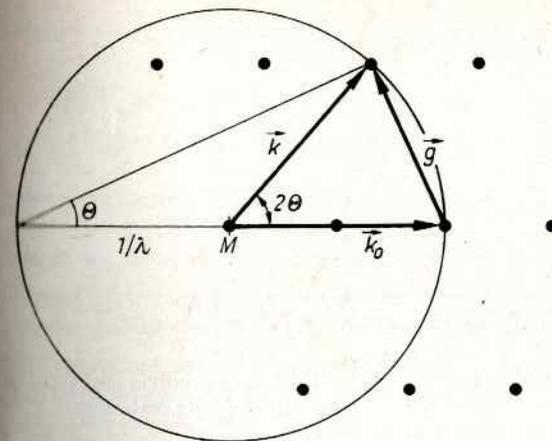


Bild 4. Konstruktion der Ewald'schen Ausbreitungskugel

Ausbreitungskugel, benutzt (Bild 4). Der Vektor  $\vec{k}_0$  zeigt in die Richtung des einfallenden Elektronenstrahls und endet am Ursprung 0 des reziproken Gitters. Um den Ausgangspunkt von  $\vec{k}_0$  wird die Ausbreitungskugel mit dem Radius  $1/\lambda$  gezeichnet. Ein reflektierter Strahl  $\vec{k}$  tritt nur dann auf, wenn ein reziproker Gitterpunkt die Ausbreitungskugel schneidet. In diesem Fall ist  $\vec{g} = \vec{k} - \vec{k}_0$  erfüllt. Diese Betrachtung gilt für einen unendlich ausgedehnten Kristall. Die Gl. (8) zeigt, daß für einen endlichen Kristall die reziproken Gitterpunkte eine Ausdehnung haben, d. h. auch bei einer Abweichung  $\vec{s}$  von der exakten Bragg-Lage, Intensität aufweisen. Es gilt dann  $\vec{g} + \vec{s} = \vec{k} - \vec{k}_0$ . Weiterhin ist aus Gl. (8) ersichtlich, daß die relativen Intensitäten durch den Strukturfaktor gegeben sind. Für den Strukturfaktor (s. Gl. (3)) ergibt sich nach Bildung des Produktes  $\vec{g} \cdot \vec{\rho}_j$  mit  $\vec{\rho}_j = u_j \vec{a} + v_j \vec{b} + w_j \vec{c}$  folgender Ausdruck:

$$F(hkl) = \sum_j f_j(\Theta) e^{-2\pi i (hu_j + kv_j + lw_j)} \quad (10)$$

Entsprechend der Raumgruppensymmetrie des Kristalls können die systematischen Auslöschungsbedingungen berechnet werden.

Im folgenden wird für die Beschreibung von reziproken Gitterspikes in einem allgemeinen Gitter (trikliner Fall) eine Methode angegeben [12], die im wesentlichen analog dem Verfahren von *Pashley* ist, das die bei der Reflexionsbeugung möglichen Spikes beschreibt [13]. Die für die Berechnung des Spikes verwendete geometrische Konstruktion ist im Bild 5 dargestellt. Gegeben sei eine Ewald-Kugel  $E$  mit dem Zentrum  $C (X_c, Y_c, Z_c)$  in dem orthogonalen System mit den Koordinatenachsen  $i^1, i^2, i^3$ . Der Vektor  $\vec{g} = \vec{OP} = s_x i^1 + s_y i^2 + s_z i^3$  kennzeichnet den reziproken Gitterpunkt  $P$ . Der reziproke Gitterspike  $\vec{g}_s$  im Punkt  $P$  schneide die Ewald-Kugel im Punkt  $P'$ . Die Gleichung der Ewald-Kugel mit dem Mittelpunkt  $C$  lautet

$$(x - X_c)^2 + (y - Y_c)^2 + (z - Z_c)^2 = \lambda^{-2}. \quad (11)$$

Der Radius der Kugel ist  $1/\lambda$ , und für die Koordinaten des Kugelmittelpunktes gilt infolge der Kippung um  $\psi$  und  $\varphi$  (s. Bild 5).

$$X_c = \lambda^{-1} \sin \psi \cos \Phi$$

$$Y_c = \lambda^{-1} \sin \psi \sin \Phi \quad (12)$$

$$Z_c = \lambda^{-1} \cos \psi$$

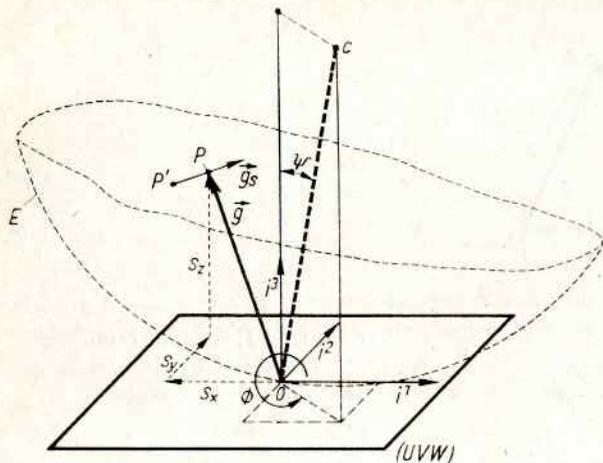


Bild 5. Geometrie zur Berechnung der reziproken Gitterspikes

Wird das Koordinatensystem um den reziproken Gittervektor  $\vec{g}$  vom Ursprung 0 nach  $P$  verschoben, gilt für Gl. (11):

$$(x + s_x - X_c)^2 + (y + s_y - Y_c)^2 + (z + s_z - Z_c)^2 = \lambda^{-2} \quad (13)$$

Im Koordinatensystem mit dem Ursprung  $P$  sind die Komponenten des Vektors  $\overrightarrow{PP'} = (x_p, y_p, z_p)$  parallel zum Spike  $\vec{g}_s$  durch folgende Gleichungen bestimmt:

$$\begin{aligned} x_p &= \overrightarrow{PP'} \sin \beta \cos \gamma \\ y_p &= \overrightarrow{PP'} \sin \beta \sin \gamma \\ z_p &= \overrightarrow{PP'} \cos \beta \end{aligned} \quad (14)$$

Die Winkel  $\beta$  und  $\gamma$  sind folgendermaßen definiert:

$\beta = \sphericalangle (\vec{g}_s, i^3)$ ,  $\gamma = \sphericalangle (\vec{g}_s, i^1)$ , wobei  $\vec{g}_{sp}$  die Projektion von  $\vec{g}_s$  auf die von den Vektoren  $i^1, i^2$  aufgespannte Ebene ist. Die gleiche Herleitung gilt auch für die Komponenten des Spikes  $\vec{g}_s = \vec{g}_{sx}i^1 + \vec{g}_{sy}i^2 + \vec{g}_{sz}i^3$

$$\begin{aligned} g_{sx} &= |\vec{g}_s| \cdot \sin \beta \cos \gamma \\ g_{sy} &= |\vec{g}_s| \sin \beta \sin \gamma \\ g_{sz} &= |\vec{g}_s| \cos \beta \end{aligned} \quad (15)$$

Die Gln. (15) ermöglichen bei vorgegebener Spikerichtung die Berechnung der Winkel  $\beta$  und  $\gamma$ . Aus Gl. (14) folgt für die Gleichung des Spikes

$$\frac{x}{\sin \beta \cos \gamma} = \frac{y}{\sin \beta \sin \gamma} = \frac{z}{\cos \beta} \quad (16)$$

Durch Einsetzen der Gl. (16) in die Kugelgleichung (13) können die Koordinaten  $x_p, y_p, z_p$  der Schnittpunkte des Spikes mit der Ewald-Kugel bestimmt werden. Es ergeben sich quadratische Gleichungen  $Ax_p^2 + Bx_p + C = 0$  mit

$$A = \frac{1}{\sin^2 \beta} \frac{1}{\cos^2 \gamma}$$

$$\begin{aligned} B &= -2\lambda^{-1} \left( \sin \psi \cos \Phi + \tan \gamma \sin \psi \sin \Phi + \cos \psi \cot \beta \cdot \frac{1}{\cos \gamma} \right) \\ &+ 2 \left( s_x + s_y \tan \gamma + s_z \cot \beta \cdot \frac{1}{\cos \gamma} \right) \end{aligned}$$

$$C = s_x^2 + s_y^2 + s_z^2 - 2\lambda^{-1} \sin \psi (s_x \cos \Phi + s_y \sin \Phi + s_z \cot \psi) \quad (17)$$

Entsprechende Gleichungen gelten für die  $y_{p'}$  und  $z_{p'}$ -Koordinaten. Für die Berechnung der möglichen Spikes ist es notwendig, eine endliche, maximal mögliche Spikelänge zu definieren. Es brauchen bei der Berechnung der Schnittpunkte nur die Lösungen berücksichtigt zu werden, bei denen der Abstand  $\overrightarrow{PP'}$  kleiner als die vorgegebene Maximallänge ist. Bei dem Verfahren von *Ploc* und *Keech* werden nur die Spikes betrachtet, die in einem Gebiet  $(\lambda^{-1} + |g_s|)$  bis  $(\lambda^{-1} - |g_s|)$  liegen (Bild 6). Die Gl. (17) liefert zwei Lösungen, wobei für die  $z_{p'}$  nur die Lösung berücksichtigt wird, die näher der Bezugsebene liegt, d. h. den kleineren Wert  $z_{p'}$  hat.

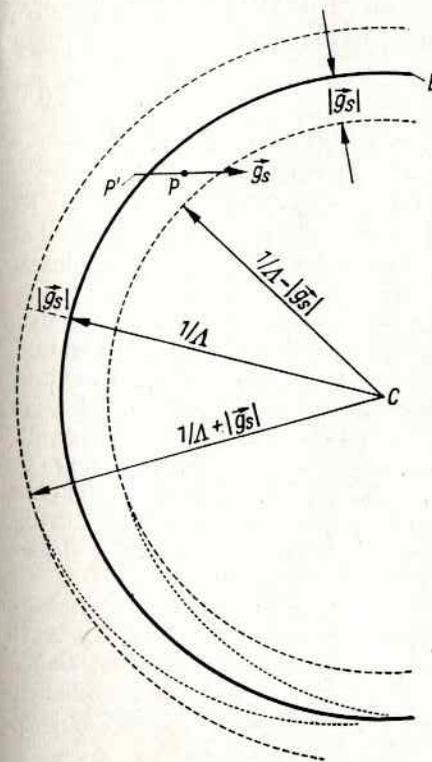


Bild 6. Geometrische Anordnung für die Auswahl der im Beugungsdiagramm möglichen Gitterspikes

#### 4.1.2 Geometrie von Elektronenbeugungsdiagrammen

Jedes Elektronenbeugungsdiagramm kann durch den entsprechenden Schnitt durch das reziproke Gitter beschrieben werden. Die Größe des Beugungsbilds ist durch die experimentellen Bedingungen festgelegt (Bild 7). Der Radius der Ewald-Kugel ist im Vergleich zu den Abständen zwischen den Beugungspunkten sehr groß, so daß in erster Näherung die Ewald-Kugel durch die Tangentialebene im Gitterpunkt 0 ersetzt werden kann. Der Vektor  $\overrightarrow{CO}$  ist senkrecht zur reziproken Gitterebene orientiert.

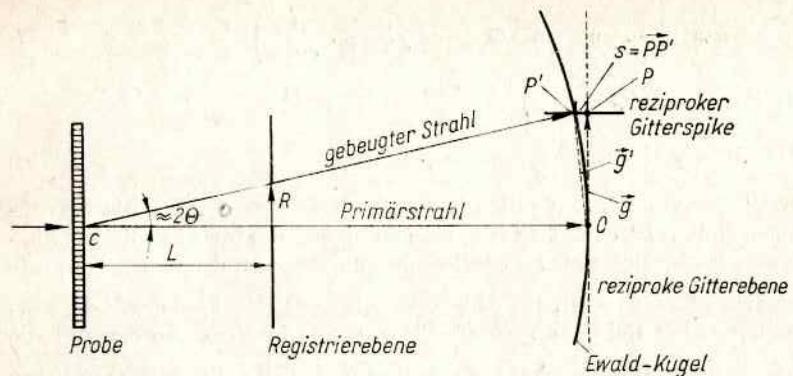


Bild 7. Geometrie zur Herleitung für die Grundformel der Elektronenbeugung

tiert. Da der Beugungswinkel  $\theta$  sehr klein ist, gilt  $|\vec{g}_n| \cdot (1/\lambda) = R/\lambda$ , und mit  $|\vec{g}_n| = \frac{1}{d_{hkl}}$  erhält man die Grundformel der Elektronenbeugung

$$\lambda \cdot L = R \cdot d_n \quad (18)$$

$L$  und  $R$  Abstände Probe – Registrierebene bzw. Primärstrahl – Beugungspunkt

Das Produkt  $\lambda L$  wird allgemein als Kamerakonstante bezeichnet.

Der Typ des Elektronenbeugungsdiagramms wird im wesentlichen durch die Kristallstruktur, die Gitterparameter und den Grad der Kristallinität der Probe bestimmt. In Abhängigkeit vom Kristallinitätsgrad bzw. der Orientierung der einzelnen Kristallite erhält man Punkt-, Ring- oder Texturdiagramme.

Für die Interpretation der Geometrie der Beugungsdiagramme wird im folgenden kurz auf zwei Beugungsphänomene eingegangen, das Auftreten von Laue-Zonen und den Effekt der Doppelbeugung. Wenn der Elektronenstrahl nahezu parallel zu einer Kristallrichtung  $[uvw]$  liegt und die Krümmung der Ewald-Kugel nicht berücksichtigt wird, repräsentieren alle Punkte der reziproken Gitterebene ( $uvw$ ) das Beugungsbild. Die Beugungspunkte erfüllen dann die folgende Bedingung  $hu + kv + lw = 0$ . Es läßt sich jedoch zeigen, daß die Krümmung der Ewald-Kugel ausreicht, um eine oder mehrere parallele Netzebenen zu schneiden. Die zusätzlichen Punkte erfüllen die Bedingung  $hu + kv + lw = \pm N$ , wo  $N$  eine ganze Zahl ist. Diese Punkte liegen innerhalb kreisförmiger Bänder, den sog. Laue-Zonen.

Die erlaubten und verbotenen reziproken Gitterpunkte einer beliebigen Kristallstruktur sind durch die Auslöschungsregeln des Strukturformfaktors gegeben. Das Auftreten verbotener Reflexe kann durch Doppelbeugung verursacht werden. Dabei wird der gebeugte Strahl im Inneren des Kristalls nochmals an anderen Netzebenen gebeugt. Es werden dann Doppelbeugungspunkte der Form  $h_3 = h_1 \pm h_2$ ,  $k_3 = k_1 \pm k_2$ ,  $l_3 = l_1 \pm l_2$  beobachtet.

Die Indizes eines durch Doppelbeugung entstandenen Punkts sind somit durch die Summe der Indizes der primären Beugungspunkte gegeben.

#### 4.2. Computersimulation der Elektronenbeugungsdiagramme

Für die Interpretation von einfachen Elektronenbeugungsdiagrammen gibt es Standardverfahren, die keinen größeren rechnerischen Aufwand benötigen. Ist die chemische Zusammensetzung der zu untersuchenden Substanz bekannt und

damit die Kristallstruktur eindeutig festgelegt bzw. auf wenige mögliche Strukturtypen beschränkt, kann die Auswertung nach folgendem Schema vorgenommen werden:

- Messen der Abstände  $R_n$  der  $n$ -Beugungspunkte zum Primärstrahl.
- Berechnung der Netzebenenabstände  $d_{hkl}$  mit Hilfe der Grundformel  $\lambda L = R \cdot d$  (beobachtete  $d$ -Werte).
- Berechnung der Netzebenenabstände  $d_{hkl}$  aus den Gitterkonstanten für die vorgegebene Substanz (berechnete  $d$ -Werte) und Vergleich der beobachteten mit den berechneten  $d$ -Werten, um die Indizes für jeden Reflex zu ermitteln.
- Messen der Winkel zwischen den Vektoren  $R_n$ .
- Überprüfen der Indizierung durch Vergleich der gemessenen Winkelwerte mit den nach der Formel für den Winkel zwischen zwei Netzebenen berechneten Winkelwerten.
- Bestimmung der Indizes der Zonenachse  $[uvw]$  durch Berechnung des Vektorproduktes zweier beliebiger Vektoren  $R_n$ . Die Zonenachse ist durch folgende Gleichungen gegeben:  $u = k_1 l_2 - l_1 k_2$ ;  $v = l_1 h_2 - l_2 h_1$ ;  $w = h_1 k_2 - h_2 k_1$ .

Um ein vollständig indiziertes Beugungsbild zu erhalten, ist es ebenso möglich, die Indizes aller Punkte durch Vektoraddition zu erhalten. Wenn die Addition der Vektoren  $R_1 + R_2 = R_3$  ist, so gilt für die Komponenten  $h_1 + h_2 = h_3$ ,  $k_1 + k_2 = k_3$  und  $l_1 + l_2 = l_3$ .

Das praktische Verfahren der Indizierung von Einkristall-Beugungsdiagrammen gestaltet sich äußerst schwierig und zeitaufwendig, wenn die Substanz und damit die Kristallstruktur vollständig unbekannt sind. Das «trial and error»-Verfahren der Indizierung läßt sich dann folgendermaßen durchführen:

- Messen der Abstände vom Nullpunkt zu drei ausgewählten Beugungspunkten, die mit dem Nullpunkt ein Parallelogramm bilden.
- Berechnung der Netzebenenabstände  $d_{hkl}$  mit Hilfe der Kamerakonstanten  $\lambda L$ .
- Messen der Winkel zwischen den Beugungspunkten.
- Anwendung der ASTM-Kartei oder eines Handbuchs der Röntgenkristallstrukturanalyse polykristalliner Materialien, um die chemische Zusammensetzung der Substanz bestimmen zu können.
- Auswertung der Symmetrie des Beugungsbilds, um irgendeine Aussage über die Zonenachse (Orientierung) und die Kristallstruktur treffen zu können.

Für Kristalle des kubischen, tetragonalen, hexagonalen oder orthorhombischen Systems kann eine Methode zur Indizierung von Beugungsdiagrammen angewendet werden, welche die Beziehungen zwischen den  $1/d^2$ -Werten ausnutzt [10]. Im kubischen System führt die Anwendung dieser Beziehungen auf die Methode der Quotienten  $R_n$  (ratio method), die sich folgendermaßen beschreiben läßt. Es gilt  $R_1 \cdot d_1 = R_2 \cdot d_2 = R_3 \cdot d_3 = \dots = \lambda L$

Die Quotientenmethode wird durch folgende allgemeine Beziehung dargestellt [14]

$$\frac{R_1}{R_n} = \frac{d_n}{d_1} = \frac{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)^{1/2}}{(h_n^2 + k_n^2 + l_n^2)^{1/2}} = \frac{(N_1)^{1/2}}{(N_n)^{1/2}} \quad (19)$$

wobei die Ortsvektoren  $R_n$ , welche die Abstände der Beugungspunkte zum Nullpunkt darstellen, umgekehrt proportional zu den Netzebenenabständen  $d_{hkl}$  sind. Aus der Beugungsaufnahme werden die  $R_n$  gemessen und die verschiedenen Kombinationen der Quotienten gebildet. Der Vergleich der Quotienten von  $R_n$  mit den Wurzelquotienten der Indizesquadratsummen liefert die Millerschen Indizes der Beugungspunkte. Das Resultat kann durch Messen der Winkel zwischen den Beugungspunkten und Vergleich mit den berechneten Winkeln überprüft werden. Für

den Winkel  $\varphi$  im kubischen System zwischen zwei Netzebenen gilt:

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)^{1/2} (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)^{1/2}} \quad (20)$$

Das Überprüfen der Winkel ist außerdem erforderlich, um eine der möglichen richtigen Indizierungen, d. h. bei Festlegung der Reihenfolge der Indizes und ihrer Vorzeichen, zu finden, da bei Anwendung der Quotientenmethode nur der Typ  $\{hkl\}$  der Reflexe festgelegt wird. In der Literatur gibt es Tabellen für die Auswertung von Elektronenbeugungsdiagrammen, die nach der Quotientenmethode aufgestellt wurden [15]. Mit einem ähnlichen Quotientenverfahren wurden von Komrska u. Peňáz ausführliche Tabellen für die Interpretation von Punktdiagrammen des kfz., krz. Gitters und der Strukturen des Diamants und der hexagonal dichtesten Kugelpackung berechnet, die eine direkte Orientierungsbestimmung ermöglichen [16].

Die hier ausgeführten Standardverfahren führen jedoch nur bei der Auswertung einfacher Beugungsdiagramme und unter den o. g. Randbedingungen schnell und direkt zum Ziel. Die Auswertung komplexer Beugungsdiagramme, die Zusatzreflexe oder Gitterspikes infolge Verzwilligung, Auftreten mehrerer kristallographisch orientierter Phasen (Matrix/Ausscheidung, Entmischungsstrukturen dünne Schicht/Substrat) oder Doppelbeugung aufweisen, ist mit diesen Verfahren nicht mehr sinnvoll.

Ein geeignetes Verfahren zur Auswertung komplexer Beugungsdiagramme ist die Methode der Computersimulation. Dabei können die Geometrie der Beugungsdiagramme, d. h. die Lage der Interferenzpunkte, als auch ihre Intensitätswerte vom Computer berechnet und mit Hilfe eines Plotters automatisch gezeichnet und somit direkt mit den experimentellen Diagrammen verglichen werden. Diese Simulation kann unter Veränderung der für die Berechnung notwendigen Parameter (Gitterkonstanten, Kristallstruktur, Orientierungsbeziehungen usw.) so oft wiederholt werden, bis für die detaillierte Auswertung eine hinreichend genaue Übereinstimmung zwischen experimentellen und theoretischen Beugungsdiagrammen erreicht ist. Bei der Auswertung mit Hilfe der Computersimulation existieren zwei prinzipiell unterschiedliche Lösungswege. Das am häufigsten angewandte Verfahren berechnet für die eingegebenen theoretischen Werte das entsprechende Beugungsdiagramm; der Vergleich zwischen experimentellen und theoretischem Bild wird visuell vorgenommen. Eine vollautomatische Auswertung der Beugungsdiagramme ist mit dem zweiten Verfahren möglich. Dabei werden sowohl die Koordinaten aller im Beugungsbild beobachteten Reflexe als auch deren Intensitäten eingegeben und mit einem Algorithmus, der im Prinzip nach den oben beschriebenen Standardverfahren arbeitet, wird die Auswertung vorgenommen. Der Computer berechnet aus den eingegebenen Gitterparametern, Strukturtypen usw. die Beugungsdiagramme und vergleicht sowohl die Geometrie als auch die relativen Intensitäten der berechneten mit den experimentellen Werten. Stimmen die Geometrie und die Intensitäten der berechneten und gemessenen Werte innerhalb der vorgegebenen Fehlergrenzen überein wird das »trial and error«-Verfahren beendet und die eindeutige oder die mehreren möglichen Lösungen ausgegeben. Dieses Verfahren ist wesentlich aufwendiger, da für eine umfassende Anwendung Dateien mit den entsprechenden Strukturdaten (vergleichbar mit der ASTM-Kartei) notwendig sind.

#### 4.2.1. Algorithmen zur Lösung des Simulationsproblems

Die Zahl der bisher in der Literatur beschriebenen Computerprogramme zur Simulation von Elektronenbeugungsdiagrammen ist bereits so groß, daß ein umfassender Überblick in diesem Rahmen nicht möglich ist [17] bis [24]. Im weiteren wird kurz

auf die Varianten von Olsen u. Jesser [20] sowie Ploc u. Keech [21] eingegangen. Mit beiden Algorithmen, die für beliebige Kristallsysteme gültig sind, können die Diagramme von Zwillingen, Mehrfachzwillingen und orientierten kristallinen Phasen (Matrix/Ausscheidung, eutektischer Bikristall, Substrat/Deposit) simuliert werden. Das Simulationsverfahren von Olsen u. Jesser beruht auf einem einfachen geometrischen Modell. Im folgenden wird der ihm zugrunde liegende Algorithmus für den allgemeinen Fall abgehandelt. Das Verfahren läßt sich in drei grundlegende Schritte unterteilen:

a) Berechnung des reziproken Gitters aus den Gitterkonstanten.

Für die Basisvektoren  $\vec{a}_i$  des reziproken Gitters gilt  $\vec{a}^i = g^{ik} \vec{a}_k$  mit  $g^{ik}$  als Fundamentaltensor des reziproken Gitters. Der Fundamentaltensor  $g^{ik}$  berechnet sich zu

$$G^{-1} = (g^{ik}) = \frac{1}{V^2} \begin{bmatrix} b^2 c^2 \sin^2 \alpha & abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) & ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \\ abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) & a^2 c^2 \sin^2 \beta & a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \\ ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) & a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) & a^2 b^2 \sin^2 \gamma \end{bmatrix}$$

Das Volumen der Elementarzelle ergibt sich mit

$$V = abc \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}. \quad (22)$$

b) Berechnung des orthonormierten Bezugssystems:

Das eigentliche Simulationsproblem besteht darin, daß für jede vorgegebene beliebige Kristallfläche mit den Flächenindizes  $h_i$  in einem allgemeinen Gitter (triklin), die senkrecht zum Elektronenstrahl ist, das zugehörige Beugungsbild berechnet werden soll. Die Orientierung der Probe zum Elektronenstrahl kann ebenso durch Angabe der Indizes des parallel zur Einstrahlrichtung liegenden Gittervektors angegeben werden.

Aus den Indizes  $h_i$  der vorgegebenen Fläche und einem frei wählbaren Gittervektor mit den Indizes  $t^i$  werden die orthonormierten reziproken Bezugsvektoren auf folgende Weise berechnet. Senkrecht zur Fläche mit den Indizes  $h_i$  steht der gleichindizierte reziproke Gittervektor  $\vec{h}$ . Die Normierung dieses Vektors liefert den reziproken Einheitsvektor  $\vec{e}^3$ :

$$\vec{h} = h_i \vec{a}^i \quad \vec{h} = \frac{h_i \vec{a}^i}{|\vec{h}|} = \vec{e}^3 = e_{3i} \vec{a}^i \quad (23)$$

Für die Orientierung des orthonormierten Bezugssystems soll vereinbarungsgemäß gelten:

$e^1 \parallel x$ ,  $e^2 \parallel y$ ,  $e^3 \parallel z$  (die Komponentendarstellung der reziproken Einheitsvektoren wird doppelt indiziert:  $\vec{e}^i = [e_{i1}, e_{i2}, e_{i3}]$ ). Der zum Gittervektor  $\vec{t} = t^i \vec{a}_i$  parallel liegende reziproke Gittervektor wird mit Hilfe des Fundamentaltensors des Kristallgitters  $g_{ij}$  berechnet:

$$\vec{t} = t^i g_{ij} \vec{a}^j \quad (24)$$

Die Normierung von  $\vec{t}$  liefert den Einheitsvektor  $\vec{t}^0$

$$\frac{\vec{t}}{|\vec{t}|} = \frac{t^i g_{ij} \vec{a}^j}{t^i g_{ij} a^j} = \vec{t}^0 \quad (25)$$

Die Projektion des Vektors  $\vec{t}^0$  auf den Einheitsvektor  $\vec{e}^3$  ergibt Bild 8:

$$\vec{p} = (\vec{t}^0 \cdot \vec{e}^3) \cdot \vec{e}^3 \quad (26)$$

$g^{ii} = a_1^2 a_2^2 \sin^2 \alpha_i$ ,  $g^{ij} = g^{ji} = a_1 a_2 a_3 \left[ \cos \alpha_j \cos \alpha_i - \cos \alpha_k \right]$

Der zweite Referenzvektor ergibt sich durch Subtraktion der Vektoren und anschließende Normierung:

$$\vec{q} = \vec{t}^0 - \vec{p} \cdot \vec{e}^3; \quad \frac{\vec{q}}{|\vec{q}|} = \vec{e}^1 = e_{1j} a^j \quad (27)$$

Die Vervollständigung des orthonormierten Bezugssystems geschieht auf folgende Weise: Die Vektormultiplikation der Einheitsvektoren  $\vec{e}^3$  und  $\vec{e}^1$  liefert einen Vektor  $\vec{r}$ :

$$\vec{r} = V \vec{e}^3 \times \vec{e}^1 = \frac{1}{V^*} e^{3i} \cdot e^{1j} (\vec{a}^i \times \vec{a}^j) = e^{3i} \cdot e^{1j} a_k \varepsilon_{ij}^k \quad (28)$$

wobei  $\varepsilon_{ij}^k$  die Komponenten des vollständig antisymmetrischen Tensors und  $V$  bzw.  $V^*$  die Volumina der Elementarzelle des Kristall- bzw. reziproken Gitters sind. Die Transformation in den reziproken Raum vermöge des Tensors  $g_{ij}$  überführt den Gittervektor  $\vec{r}$  in den parallel liegenden reziproken Gittervektor

$$\vec{r} = e^{3i} e^{1j} \varepsilon_{ij}^k g_{kl} a^l \quad (29)$$

Durch die Normierung des Vektors  $\vec{r}$  erhält man den Einheitsvektor  $\vec{e}^2$ :

$$\frac{\vec{r}}{|\vec{r}|} = \frac{e^{3i} e^{1j} \varepsilon_{ij}^k a^l}{|e^{3i} e^{1j} \varepsilon_{ij}^k a^l|} = \vec{e}^2 = e_{2i} a^i \quad (30)$$

### c) Berechnung der reziproken Gitterpunkte:

Die Berechnung der Geometrie des Beugungsdiagramms wird nach dem im Bild 9 dargestellten Modell auf folgende Weise durchgeführt. Jeder reziproke Gittervektor  $\vec{g}$ , der in der Ebene  $h$  des reziproken Gitters liegt, muß die Bedingungs-gleichung

$$g_i h^i = g_1 h^1 + g_2 h^2 + g_3 h^3 = 0 \quad (31)$$

erfüllen. In dem Modell von Olsen u. Jesser wird zusätzlich der Abweichungsparameter  $\vec{S}$  berücksichtigt, der die Projektion des reziproken Gittervektors  $\vec{g} = g_i a^i$  auf  $\vec{e}^3$  ist (s. Bild 9).

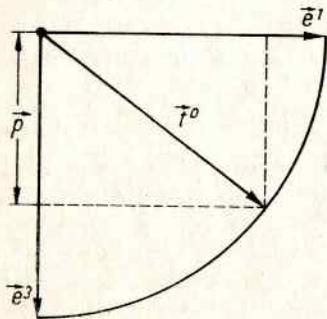


Bild 8. Orientierungsbeziehungen der Vektoren bei der Berechnung des Dreibeins  $\vec{e}_i$

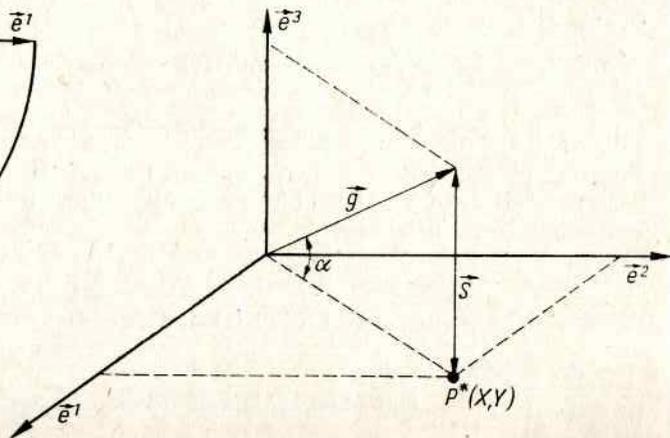


Bild 9. Berechnung des Beugungsdiagramms nach dem Algorithmus von Olsen u. Jesser

Für die Abweichung  $\vec{S}$  gilt:

$$\vec{S} = \frac{\vec{e}_{3i} g_j a^i a^j}{(g_i g_i)^{1/2}} = \frac{e_{3i} \cdot g_i}{(g_i g_i)^{1/2}} \quad (32)$$

Für die Simulation des Beugungsdiagramms wird eine maximal zulässige Abweichung  $DD$  der reziproken Gitterpunkte von der Ewald-Kugel angenommen. Ist für ein reziprokes Zahlentripel  $g_i$  der Abweichungsparameter  $|\vec{S}| > DD$ , wird der reziproke Gitterpunkt nicht berechnet. Wenn  $|\vec{S}| \leq DD$  werden die Komponenten  $X$  und  $Y$  des reziproken Gitterpunkts berechnet. Die Komponenten ergeben sich zu

$$X = g_i \cdot e_{1i}, \quad Y = g_i \cdot e_{2i} \quad (33)$$

Bei der Simulationsprozedur werden i. allg. noch die durch das Bravais-Gitter bedingten allgemeinen Auslöschungsregeln berücksichtigt. Für die Lösung spezieller Probleme kann jedoch auch für die vorliegende Kristallstruktur der Strukturfaktor berechnet werden, so daß neben den allgemeinen auch die speziellen Auslöschungsregeln gegeben sind.

Der Algorithmus von Olsen u. Jesser geht von einem einfachen geometrischen Modell aus, das jedoch für die meisten Anwendungen ausreichend ist. Um Beugungsdiagramme einer beliebigen Kombination Matrix/orientierte Phase berechnen zu können, müssen die Orientierungsbeziehungen in der folgenden Form  $f^m || f^{ph}$  und  $t^m || t^{ph}$  angegeben werden, wobei  $f^m$  bzw.  $f^{ph}$  eine Fläche und  $t^m$  bzw.  $t^{ph}$  eine Gitterrichtung der Matrix bzw. orientierten Phase sind. Für die Vektoren gelten die Beziehungen

$$\begin{aligned} \vec{f}^m &= f_i^m a^i & \vec{f}^{ph} &= f_i^{ph} a^i \\ \vec{t}^m &= t_i^m a_i & \vec{t}^{ph} &= t_i^{ph} a_i \end{aligned} \quad (34)$$

Nach dem in b angegebenen Algorithmus werden aus  $f^m$ ,  $t^m$  und  $f^{ph}$ ,  $t^{ph}$  die orthonormierten Bezugssysteme der Matrix  $\vec{m}^i = m_{ij} a^j$  und der orientierten Phase  $\vec{n}^i = n_{ij} a^j$  berechnet. Für die Bestimmung des orthonormierten Dreibeins der Matrix und der orientierten Phase, die parallel zueinander sind, gilt analog zu den Gln. (24) bis (30):

$$\begin{aligned} \vec{m}^3 &= \frac{\vec{f}^m}{|\vec{f}^m|} & \vec{n}^3 &= \frac{\vec{f}^{ph}}{|\vec{f}^{ph}|} \\ \vec{m}^1 &= \frac{\vec{t}^m - (\vec{t}^m \cdot \vec{m}^3) \cdot \vec{m}^3}{|\vec{t}^m - (\vec{t}^m \cdot \vec{m}^3) \cdot \vec{m}^3|} & \vec{n}^1 &= \frac{\vec{t}^{ph} - (\vec{t}^{ph} \cdot \vec{n}^3) \cdot \vec{n}^3}{|\vec{t}^{ph} - (\vec{t}^{ph} \cdot \vec{n}^3) \cdot \vec{n}^3|} \\ \vec{m}^2 &= \frac{\vec{m}^3 \times \vec{m}^1}{|\vec{m}^3 \times \vec{m}^1|} & \vec{n}^2 &= \frac{\vec{n}^3 \times \vec{n}^1}{|\vec{n}^3 \times \vec{n}^1|} \end{aligned} \quad (35)$$

Auf der Grundlage der Orientierungsbeziehungen der paarweise zueinander parallelen Einheitsvektoren läßt sich die Transformationsmatrix  $S$  berechnen, die die Indizes der Matrix in die Indizes der dazu orientierten Phase umrechnet. Es gilt

$$\vec{m}^i \cdot S = \vec{n}^i \quad (36)$$

Die Transformationsmatrix  $S_{ij}$  ist orthogonal, d. h.,  $S_{ij} = S_{ji}^{-1}$ , und läßt sich aus der folgenden Gleichung ermitteln:



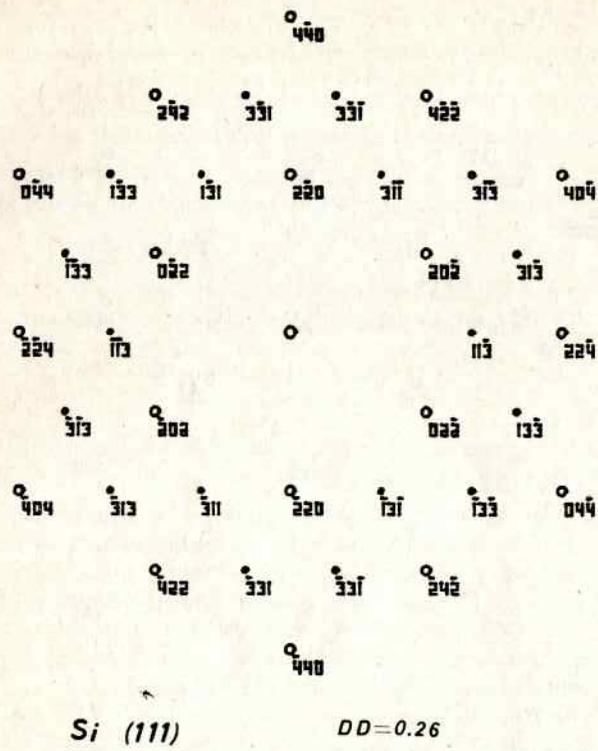


Bild 11. Computersimuliertes Beugungsdiagramm für (111)-Silizium (verzwillingt nach (111), maximal mögliche Abweichung  $DD = 0,12$  rad) nach [24]

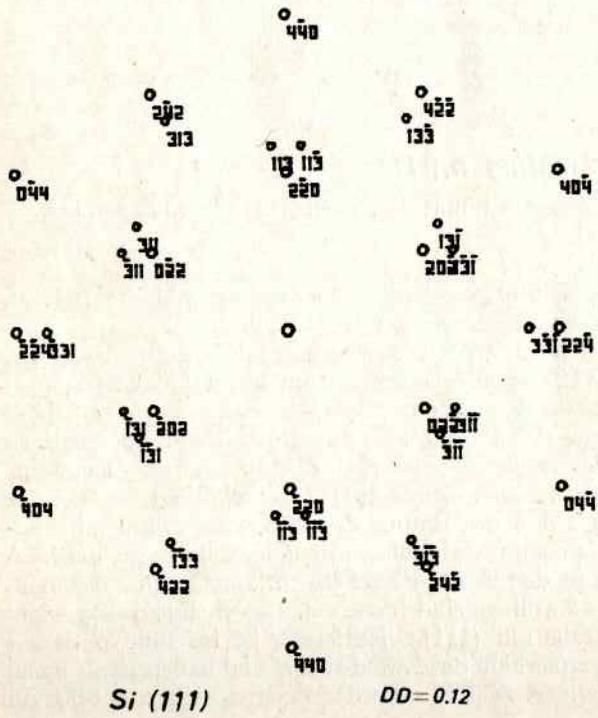


Bild 12. Computersimuliertes Beugungsdiagramm für (111)-Silizium (maximal mögliche Abweichung  $DD = 0,26$  rad) nach [24]

in (111)-Orientierung mit großer vorgegebener Maximalabweichung von der Ewald-Kugel ( $DD = 0,26$  rad). Im Beugungsbild treten außer den (220)-Reflexen, die nach den Auslöschungsregeln verbotenen (311)- und (331)-Reflexe auf. In der elektronenmikroskopischen Praxis werden diese Fälle beobachtet, wenn die Kristallfolie stark verbogen oder sehr dünn ist.

### 4.3. Kikuchi-Diagramme

Beugungsdiagramme von Einkristallen, die aus einem System von Linien bestehen, werden bei der Streuung von Röntgenstrahlen, Elektronen und auch anderer Strahlung beobachtet. Diese von Cowley [25] als K-Liniendiagramme bezeichneten Typen von Beugungsfiguren können sowohl durch divergente Strahlung innerhalb des Kristalls, wie im Fall der Kikuchi- und Kossel-Linien, als auch außerhalb des Kristalls, wie bei den Kossel-Möllenstedt- und Pseudo-Kossel-Diagrammen bei der Elektronen- bzw. Röntgenbeugung, erzeugt werden. Bei den Elektronenchannelling-Diagrammen (Pseudo-Kikuchi-Diagramme) in der Rasterelektronenmikroskopie entsteht das Liniensystem durch die rückgestreuten Elektronen, wenn ein paralleler Elektronenstrahl auf die Probe trifft und diese in einem großen Winkelbereich abstrahlt. Die verschiedenen Arten der K-Liniendiagramme weisen hinsichtlich ihrer Entstehungsmechanismen und der geometrischen Eigenschaften Analogien auf; die Geometrie hängt im wesentlichen von der Kristallstruktur, den Gitterparametern, der Orientierung des Kristalls und der Wellenlänge der verwendeten Strahlung ab. Die bestehenden Analogien ermöglichen es, daß die Konstruktion und Auswertung der verschiedenen K-Liniendiagramme mit identischen oder vergleichbaren Verfahren vorgenommen werden kann.

#### 4.3.1. Geometrie von Kikuchi-Diagrammen

Die aus einem System von Linien und Bändern bestehenden Elektronenbeugungsdiagramme wurden erstmalig von Kikuchi bei der Durchstrahlung von Glimmer beobachtet und werden seitdem als Kikuchi-Diagramme bezeichnet [26]. Im allgemeinen läuft parallel zu einer dunklen Linie eine helle Linie. Zeigt das Gebiet zwischen einem Kikuchi-Linienpaar eine im Vergleich zum Untergrund veränderte Intensität, so spricht man von Kikuchi-Bändern. Ist die Intensität des Bands höher als die des Untergrunds, so liegt ein »excess«-Band vor, im umgekehrten Fall ein »defect«-Band. Ein Wechsel vom »excess«- zum »defect«-Band kann durch Änderung der Energie der einfallenden Elektronen und der Kristalldicke auftreten. Allgemein werden »excess«-Bänder bei der Durchstrahlung von dünneren Kristallen und »defect«-Bänder bei der Durchstrahlung von dickeren Kristallen erhalten. Neben den Linien und Bändern treten die parabelförmigen Kikuchi-Enveloppen auf, also Einhüllende von Kikuchi-Linienscharen. Kikuchi-Diagramme können bei der Durchstrahlung von Kristallen und auch bei der Reflexion an Kristalloberflächen beobachtet werden. Bei ihrer Entstehung spielen sowohl unelastische als auch elastische Streuprozesse eine Rolle. Die Struktur der Kikuchi-Diagramme hängt von den Beugungsbedingungen und der Kristalldicke ab. Der Entstehungsmechanismus der Kikuchi-Linien wird anhand von Bild 13 erläutert. Der einfallende Elektronenstrahl wird unelastisch in alle Richtungen gestreut. Die durch den Energieverlust der Elektronen bedingte Vergrößerung der Wellenlänge ist vernachlässigbar gering, so daß die unelastisch gestreuten Elektronen an den entsprechenden Netzebenen kohärent gestreut werden, wenn sie unter dem Bragg-Winkel auftreffen. Für diejenigen Elektronenstrahlen, die nicht die Bragg-Bedingung für eine gegebene Netzebenenschar

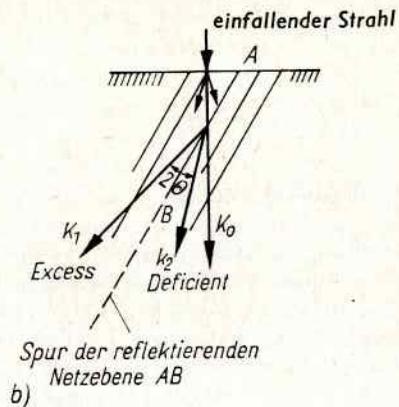
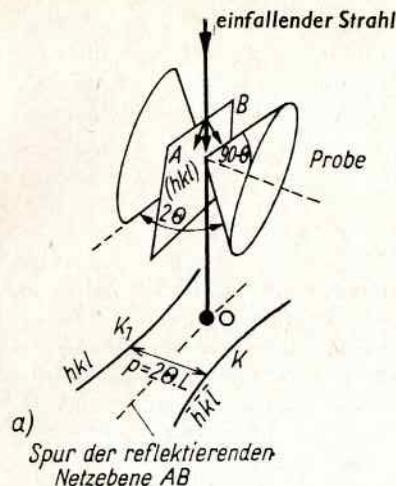


Bild 13. Geometrische Interpretation von Kikuchi-Diagrammen

erfüllen, gilt in erster Näherung, daß sie nicht vom Raumgitter beeinflusst werden und ungestört durch den Kristall hindurchtreten. Sie rufen auf der Fotoplatte die kontinuierliche Untergrundschwärzung hervor. Treffen Elektronenstrahlen unter dem Glanzwinkel  $\theta$  auf eine Netzebenenchar, bilden die durchgehenden und reflektierten Strahlen einen Doppelkegel. Der Öffnungswinkel des Kegels beträgt  $90^\circ - \theta$ ; die Kegelachse ist die Normale der Netzebene ( $hkl$ ). Als Schnitte der Kegel mit der Registrierebene resultieren aus der geometrischen Interferenztheorie Hyperbeln, die aber wegen des großen Öffnungswinkels und des kleinen abgebildeten Winkelbereichs als Geraden erscheinen. Die Intensität der unelastisch gestreuten Elektronen ist vom Streuwinkel abhängig und nimmt bei dünnen Kristallen sehr schnell mit steigendem Winkel ab. Deshalb werden Strahlen, die einen großen Winkel mit dem einfallenden Elektronenstrahl bilden, mit geringerer Intensität gestreut als diejenigen, die mit dem Primärstrahl einen kleinen Winkel bilden. Dies erklärt das Auftreten der hellen Kikuchi-Linie  $K_1$  und der dunklen Kikuchi-Linie  $K_2$  (Bild 13). Der Winkelabstand zwischen dem Kikuchi-Linienpaar beträgt  $2\theta = n\lambda/d$ , wobei  $d$  der Netzebenenabstand und  $\lambda$  die Wellenlänge sind. Die Mittellinie zwischen dem Kikuchi-Paar repräsentiert die Spur der reflektierenden Netzebene ( $hkl$ ). Ein vollständiges Kikuchi-Diagramm kann somit direkt mit der entsprechenden stereographischen Projektion verglichen werden. Wird das Objekt gekippt, so können in andere Richtung gestreute Elektronen an der Netzebenenchar reflektiert werden. Das System der Kikuchi-Linien ist fest mit dem Kristallgitter verbunden. Bei einer Kippung des Objekts erfolgt eine Verschiebung der Kikuchi-Linien auf der Registrierebene in entgegengesetzter Richtung. Fällt der Primärstrahl unter dem Bragg-Winkel auf die Netzebenenchar, dann geht die helle Linie durch den Beugungsreflex und die dunkle Linie durch den Primärstrahlreflex. Die Schärfe der Kikuchi-Linien hängt von der Kristallperfektion ab. Aus der Feinstruktur der Kikuchi-Linien lassen sich somit Rückschlüsse auf vorhandene Gitterstörungen ziehen.

Die elementare Theorie der Kikuchi-Kegel genügt lediglich zur Erklärung der Geometrie der Kikuchi-Linien. Für eine quantitative Theorie der komplexen Kikuchi-Diagramme müssen der Blochwellencharakter der Elektronen im Kristallgitter, elastische und unelastische Mehrfachstreuungsprozesse und Vielstrahleffekte für einfallende Elektronen hoher Energie berücksichtigt werden [27] bis [33].

### 4.3.2. Computersimulation von Kikuchi-Diagrammen

Für die meisten Anwendungen der Kikuchi-Beugung ist nur die Kenntnis der Geometrie der Diagramme notwendig. Die Konstruktion und Indizierung von Kikuchi-Diagrammen erfolgt in ähnlicher Weise wie bei den Punktdiagrammen. Die zur Interpretation von Kikuchi-Diagrammen gebräuchlichen Verfahren führen – wie bei der Interpretation von Punktdiagrammen – nur bei der Auswertung einfacher Liniendiagramme, z. B. niedrig indizierter Kikuchi-Pole im kubischen System, schnell und direkt zum Ziel. Um die Auswertung von Kikuchi-Diagrammen für beliebige Orientierungen zu ermöglichen, wird die Geometrie der Diagramme vom Computer berechnet und mit Hilfe eines Plotters automatisch gezeichnet.

Im folgenden werden einige Methoden zur Computersimulation von isolierten Kikuchi-Polen und den sog. Kikuchi-Karten erläutert:

#### Kikuchi-Pole

Für eine Probenorientierung, bei welcher der Elektronenstrahl exakt parallel einer kristallographischen Richtung verläuft, läßt sich das Kikuchi-Diagramm folgendermaßen konstruieren: Auf dem Vektor, der vom Ursprung  $0$  zum reziproken Gitterpunkt  $P$  führt, wird die Normale errichtet und derart verschoben, daß sie durch den Mittelpunkt der Linie  $OP$  geht. Die so konstruierte Kikuchi-Linie hat die Indizes des Punktes  $P$  ( $hkl$ ). Nach diesem Verfahren kann somit das gesamte Kikuchi-Diagramm konstruiert werden. Für diese Orientierung, die auch als Laue-Fall bezeichnet wird, ergibt sich eine symmetrische Anordnung jedes Kikuchi-Linienpaares zum Nullreflex. Ein nach dieser Methode konstruiertes Kikuchi-Diagramm für das kfz. Gitter mit (111)-Orientierung zeigt Bild 14. Auf der Grundlage dieses Konstruktionsverfahrens ist mit einem einfachen Algorithmus die Berechnung und die graphische Darstellung isolierter Kikuchi-Pole möglich. Dabei wird zunächst das Beu-

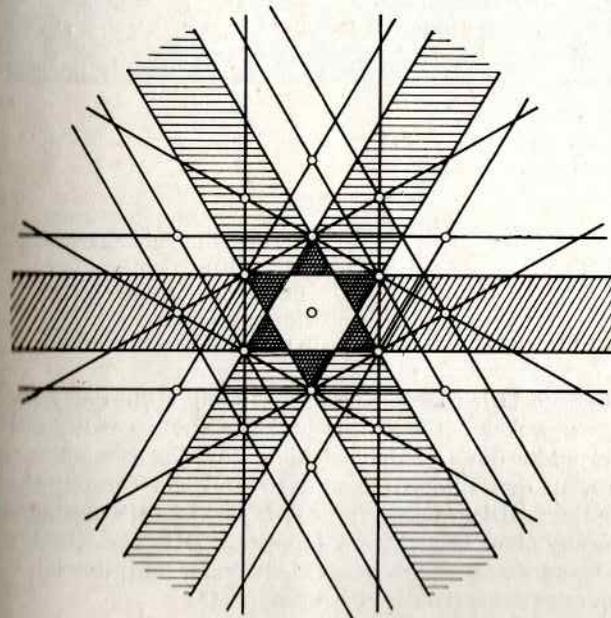


Bild 14. Konstruiertes Kikuchi-Diagramm mit (111)-Orientierung für das kfz. Gitter

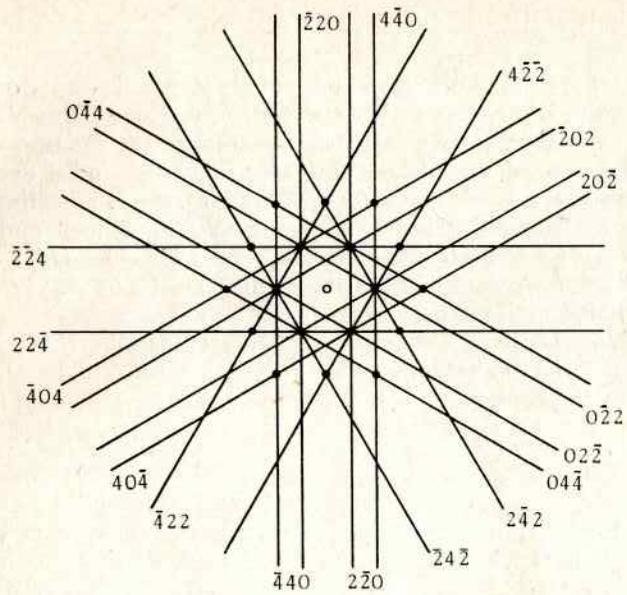


Bild 15. Computersimuliertes Kikuchi-Diagramm mit (111)-Orientierung für das kfz. Gitter nach [24] (umgezeichnet nach der Original-Computergrafik)

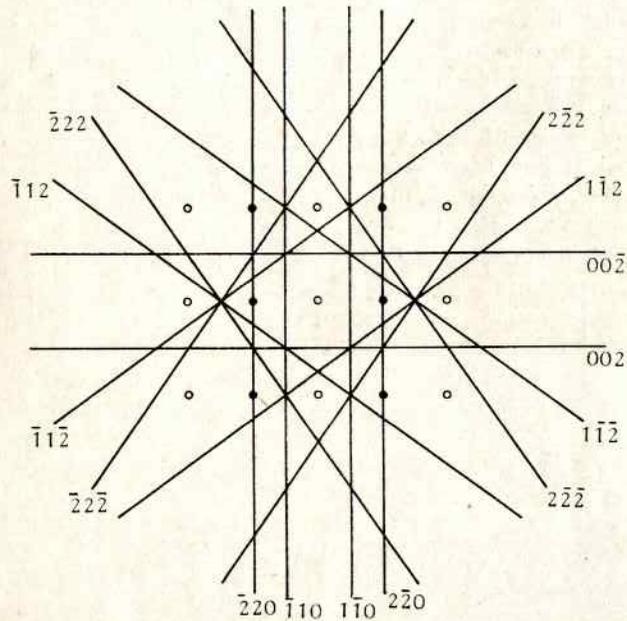
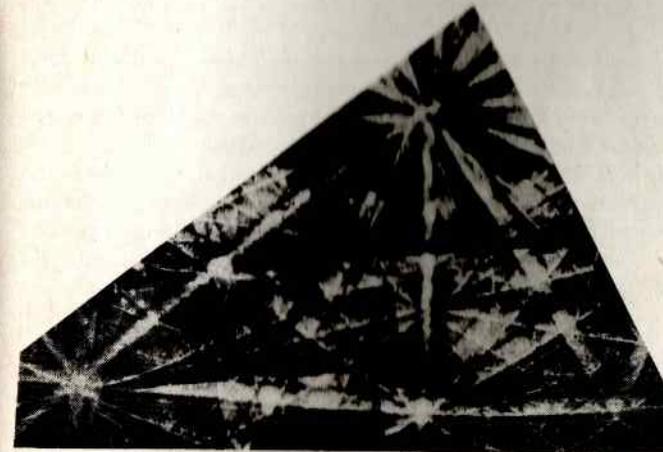


Bild 16. Computersimuliertes Kikuchi-Diagramm mit (110)-Orientierung für das kfz. Gitter nach [24] (umgezeichnet nach der Original-Computergrafik)

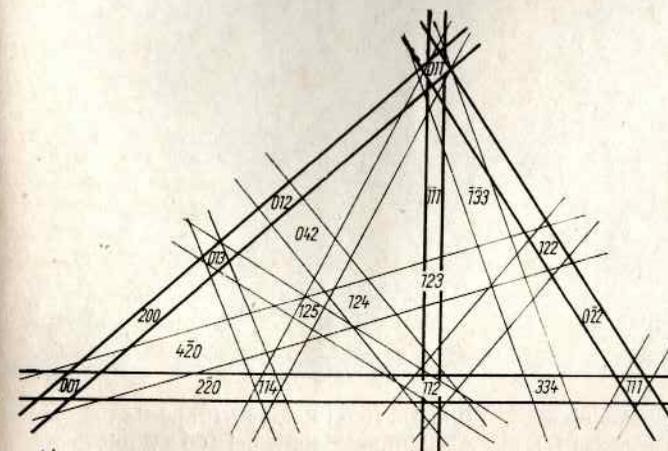
gungsdiagramm für die vorgegebene Orientierung berechnet; mit Hilfe der Zweipunktgleichung (Ursprung 0, reziproker Gitterpunkt) und der Orthogonalitätsbedingung kann zu jedem Gitterpunkt die Geradengleichung für die dazugehörige Kikuchi-Linie ermittelt werden. In den Bildern 15 und 16 sind die computerberechneten und -gezeichneten Kikuchi-Diagramme für die (111)-Orientierung eines kfz. bzw. für die (110)-Orientierung eines kfz. Gitters dargestellt. Mit diesem Algorithmus läßt sich für jede beliebige kristallographische Orientierung (hkl) das Kikuchi-Diagramm in einem allgemeinen Gitter (triklin) berechnen [24].

### Kikuchi-Karten

Kikuchi-Karten (Kikuchi maps) sind Standard-Kikuchi-Projektionen für einen oder mehrere Hauptpole (niedrige Indizes) und deren Umgebung einer beliebigen Kristallstruktur. Für die Herstellung dieser Karten werden entweder durch entsprechende Vorpräparation oder durch geeignete Kippung im Elektronenmikroskop Probenorientierungen erzielt, die Kikuchi-Diagramme hochsymmetrischer niedrigindizierter Pole liefern. Durch sukzessiven Kippen der Probe entlang der wichtigsten Kikuchi-Bänder erhält man Aufnahmen von Kikuchi-Diagrammen, die einander überlappen und deren Montage die entsprechende Kikuchi-Karte ergibt. Vollständige Kikuchi-Karten, die das Dreieck [001-011-111] der stereographischen Projektion einschließen, wurden für das kfz. Gitter, die Diamantstruktur und Strukturen der hexagonal dichtesten Kugelpackung ( $a/a = 1,500$ ) publiziert [34], [35]. Eine vollständige Kikuchi-Karte (a) und die für die Anwendung notwendige Indizierung (b) mit dem charakteristischen Dreieck [001-011-111] für kfz. Kristalle ist im Bild 17 dargestellt. Die Anfertigung dieser Kikuchi-Karten durch Fotomontage ist schwierig und zeitaufwendig.



a)



b)

Bild 17. Vollständige Kikuchi-Karte für das charakteristische Dreieck [001-011-111] für kfz. Kristalle

a) Aufnahme und Montage (M. Klaua, IFE Halle)  
b) Indizierung

Durch die Anwendung der Computersimulationstechnik können mit Hilfe geeigneter Programme die Kikuchi-Karten automatisch berechnet und gezeichnet werden. Jedes Kikuchi-Diagramm läßt sich direkt mit der entsprechenden stereographischen Projektion vergleichen (s. Abschn. 4.3.1.). Diese Tatsache wird bei der Computersimulation von Kikuchi-Diagrammen i. allg. angewandt. Die Kikuchi-Linien werden dann in erster Näherung als Kreisbögen betrachtet, bei denen Radius und Mittelpunkt des Kreises durch Kristallstruktur, Gitterparameter, verwendete Wellenlänge und die Indizes der Kikuchi-Linie bestimmt sind. Die Anwendung der stereographischen Projektion zur Berechnung der Kikuchi-Diagramme stellt unter der Bedingung, daß die Kameralänge  $L$  groß ist, eine hinreichend gute Annäherung an die experimentell beobachteten Kikuchi-Diagramme dar. Vollständige computererzeugte stereographische Kikuchi-Karten mit [001]-Orientierung für das krz. Gitter ( $\alpha$ -Fe), kfz. Gitter (Cu), die Diamantstruktur (Si) und die hexagonal dichteste Kugelpackung (Mg) bei 500 kV und für Si bei 20 kV wurden von *Bomback* u. *Thomas* [36] berechnet. Eine Erweiterung stellt der Algorithmus von *Young* u. *Lyttton* dar, der die Berechnung von Kikuchi-Diagrammen für jede beliebige Orientierung des kfz. und krz. Gitters, der Diamantstruktur und der hexagonal dichtesten Kugelpackung ermöglicht [37]. Bild 18 zeigt ein nach dieser Methode berechnetes Standard-Kikuchi-Diagramm für Aluminium in (001)-Orientierung bei 100 kV. Ein weiterer Vorteil dieser Methode besteht darin, daß durch eine geeignete Maßstabsänderung beliebige Pole oder Dreiecke einer Standardprojektion berechnet und dargestellt werden können. Im Bild 19 ist das im Bild 18 mit enthaltene Dreieck [001-101-011] in einem Maßstab dargestellt, der auch die Geometrie hochindizierter Pole im Detail wiedergibt.

Im folgenden wird kurz eine Methode erläutert, bei der ein Computerprogramm [24] zur Berechnung von stereographischen Projektionen nach dem Algorithmus von *Johari* u. *Thomas* [38] so erweitert wurde, daß ebenso K-Liniendiagramme berechnet und gezeichnet werden können. Die Geometrie zur Berechnung der K-Diagramme ist im Bild 20 dargestellt. Für die Berechnung der Diagramme muß der Mittelpunkt des Kreises  $S'$  und der Radius  $\overline{A'S'}$  bestimmt werden. Bei der normalen stereographischen Projektion würde der Punkt  $S$  auf der Kugel liegen.

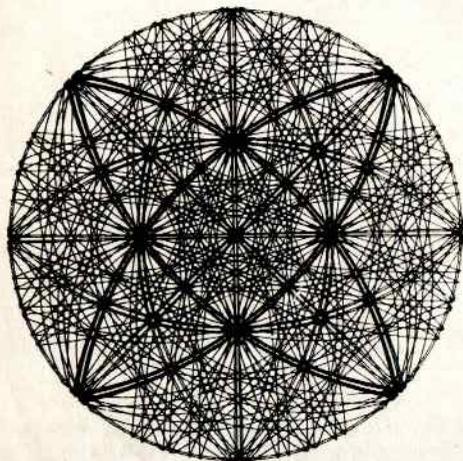


Bild 18. Standard-(001)-Projektion eines Aluminiumkristalls bei 100 kV nach [37]

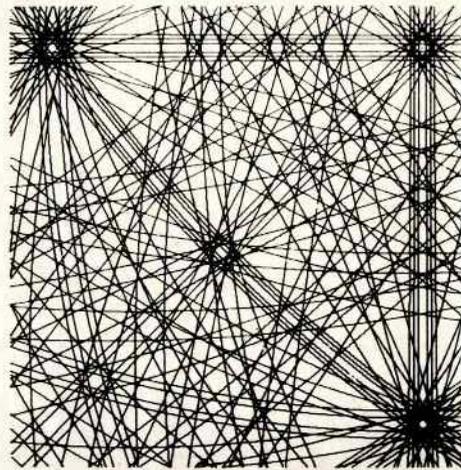


Bild 19. [001] Kikuchi-Projektion eines Aluminiumkristalls bei 100 kV mit dem Dreieck [001-101-011] nach [37]

Bei den K-Diagrammen ist der Projektionspunkt  $P$  somit nicht identisch mit den Koordinaten des entsprechenden Pols bei der stereographischen Projektion. In den Bildern 21 und 22 sind die stereographische Projektion für (001)-Orientierung und das Kossel-Diagramm für  $\alpha$ -Eisen dargestellt, die mit diesem Programm berechnet und gezeichnet wurden.

Von *Pirouz* u. *Boswarva* [39] wurde eine Methode zur Berechnung von Kikuchi-Diagrammen angegeben, die nicht die Erhebung über die stereographische Projektion benutzt. In diesem Fall werden die Kugelschnitte mit der Projektionsebene berechnet.

#### 4.3.3. Anwendungen der Kikuchi-Diagramme

Eine umfassende Darstellung der Anwendungen von Kikuchi-Diagrammen gibt *Thomas* [40]. Die Analyse von Kikuchi-Diagrammen kann zur Orientierungsbestimmung herangezogen werden. Bei der Standardmethode (Drei-Pol-Lösung [41]) werden drei sich schneidende Kikuchi-Paare und die gemeinsamen Schnittpunkte ihrer Spurgeraden (Kikuchi-Pole) indiziert. Die Orientierung läßt sich durch Berechnung oder mit Hilfe der stereographischen Projektion aus den Winkeln zwischen den Kikuchi-Polen und dem zu indizierenden Ursprung des Beugungsbilds bestimmen. Die Anwendung von Kikuchi-Karten [34], [35] ermöglicht die Orientierungsbestimmung durch Vergleich des unbekanntes Kikuchi-Diagramms mit der indizierten Karte. In der Beugungskontrastanalyse sind Kikuchi-Diagramme ein geeignetes Hilfsmittel zur exakten Bestimmung kristallographischer Daten von Baufehlern. Bei gleichzeitigem Auftreten von Kikuchi-Linien und Beugungspunkten im Beugungsdiagramm ist die experimentelle Ermittlung der Größe und des Vorzeichens des Anregungsfehlers möglich.

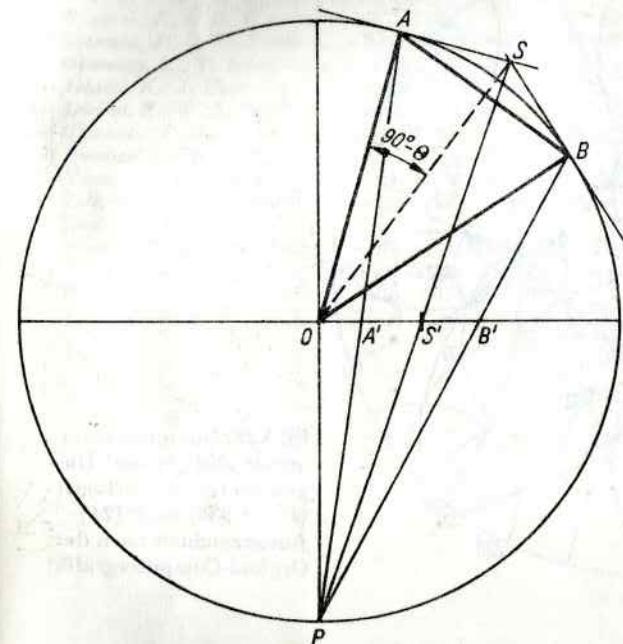


Bild 20. Geometrie zur Berechnung von stereographischen Projektionen der Kikuchi-Diagramme

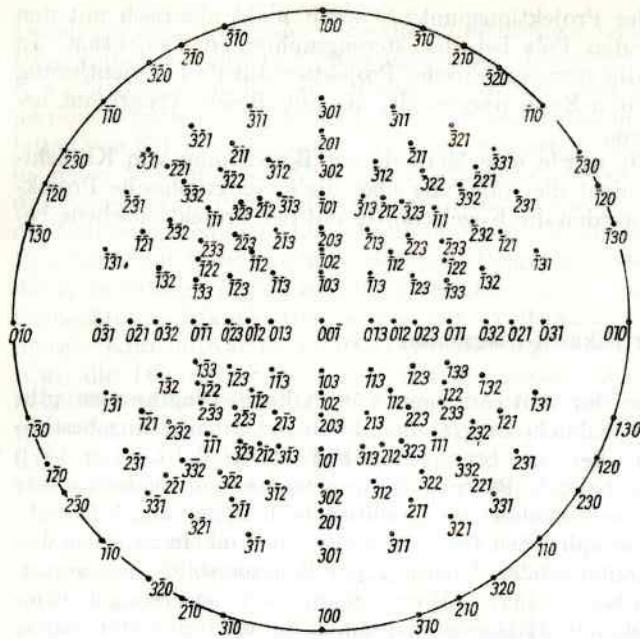


Bild 21. Computersimulierte stereographische Projektion für (001) Orientierung im kubischen System nach [24] (umgezeichnet nach der Original-Computergrafik)

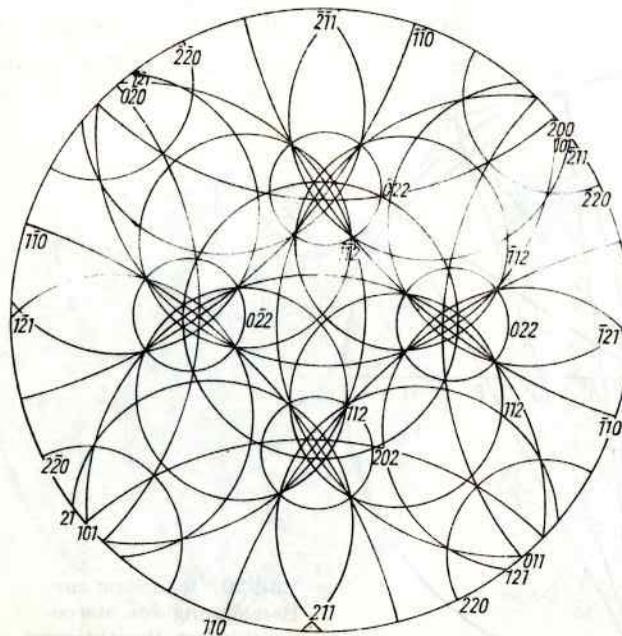


Bild 22. Computersimuliertes (001) Kossel-Diagramm für krz.  $\alpha$ -Eisen ( $\lambda = 1,936$ ) nach [24] (umgezeichnet nach der Original-Computergrafik)

## Literaturverzeichnis

- [1] Woltersdorf, J.: Diss. Martin-Luther-Univ. Halle 1973
- [2] Woltersdorf, J.: Phys. stat. sol. a 34 (1976), S. 183
- [3] Murphy, R. J.: Proc. microscopic electronique, Bd. 2. Grenoble 1970, S. 403
- [4] v. Laue, M.: Materiewellen und ihre Interferenzen. Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig, Leipzig 1948
- [5] Pinsker, Z. G.: Electron Diffraction. Butterworth, London 1953
- [6] Vainshtein, B. K.: Structure Analysis by Electron Diffraction. Pergamon Press. Oxford 1964
- [7] Bauer, E.: Elektronenbeugung. Verlag Moderne Industrie, München 1958
- [8] Heidenreich, R. D.: Fundamentals of Transmission Electron Microscopy. Interscience Publishers, New York 1964
- [9] Hirsch, P. B., u. a.: Electron Microscopy of Thin Crystals. Butterworth, London 1965
- [10] Andrews, K. W., D. J. Dyson u. S. R. Keown: Interpretation of Electron Diffraction Patterns. Adam Hilger Ltd., London 1971
- [11] Bauer, E., in: Techniques of Metals Research. Interscience Publishers, New York 1969, S. 501
- [12] Ploc, R. A., u. G. H. Keech: Rep. Atomic Energy of Canada AECL-3729
- [13] Pashley, D.: Proc. Phys. Soc. A 64 (1951), S. 1113
- [14] Roser, W. R., u. G. Thomas: J. Scientific Instr. 35 (1964), S. 613
- [15] Nolder, R. L., u. G. Thomas: USA EC Rep. UCRL 10227. University of California, Berkeley
- [16] Komrska, J., u. D. Peňáz: Acta Sc. Nat. Brno 4 (1970) 3, S. 1
- [17] Sargent, C. M.: Trans. AIME 242 (1968), S. 2365
- [18] Meakin, J. D.: Trans. AIME 245 (1969), S. 170
- [19] Maucione, C. M., D. L. Formenti u. L. H. Heldt: Metallurg. Trans. 2 (1971), S. 2289
- [20] Olsen, G. H., u. W. A. Jesser: Mater. Sci. Eng. 5 (1969/70), S. 135
- [21] Ploc, R. A., u. G. H. Keech: J. Appl. Cryst. 5 (1972), S. 244
- [22] Messerschmidt, A.: Kristall u. Technik 8 (1973), S. 1093
- [23] Messerschmidt, A.: Phys. stat. sol. a 23 (1974), S. 43
- [24] Neumann, W.: Kristallographische Computerprogramme. AdW der DDR, Inst. f. Festkörperphysik u. Elektronenmikroskopie, Halle 1975
- [25] Cowley, J. M.: Diffraction Physics. North-Holland Publ., Amsterdam/Oxford 1975
- [26] Kikuchi, S.: Jap. J. Phys. 5 (1928), S. 83
- [27] Hoier, R.: Phys. stat. sol. a 11 (1972), S. 597
- [28] Humphrey, C. J., u. a.: Phil. Mag. 23 (1971), S. 87
- [29] Cowley, J. M.: Z. angew. Physik 27 (1969), S. 149
- [30] Gjønnes, J., u. D. Watanabe: Acta Cryst. 21 (1966), S. 297
- [31] Gjønnes, J., u. R. Hoier: Acta Cryst. A 25 (1969), S. 595
- [32] Okamoto, K., T. Ichinokawa u. Y. H. Ohtsuki: J. Phys. Soc. Jap. 30 (1971), S. 1690
- [33] Ishida, K.: J. Phys. Soc. Jap. 30 (1971), S. 1439
- [34] Levine, E., W. L. Bell u. G. Thomas: J. Appl. Phys. 37 (1966), S. 2141
- [35] Okamoto, P. R., E. Levine u. G. Thomas: J. Appl. Phys. 38 (1967), S. 289
- [36] Bombard, J. L., u. L. E. Thomas: J. Appl. Cryst. 4 (1971), S. 356
- [37] Young, C. T., u. J. L. Lytton: J. Appl. Phys. 43 (1972), S. 1408
- [38] Johari, O., u. G. Thomas: The Stereographic Projection and Applications. J. Wiley & Sons, New York 1969
- [39] Pirouz, P., u. I. M. Boswarva: Phys. stat. sol. a 26 (1974), S. 407
- [40] Thomas, G., in: Modern Diffraction and Imaging Techniques in Material Science. North-Holland Publ., Amsterdam/London 1970, S. 159
- [41] v. Heimendahl, M., W. L. Bell u. G. Thomas: J. Appl. Phys. 35 (1964), S. 361