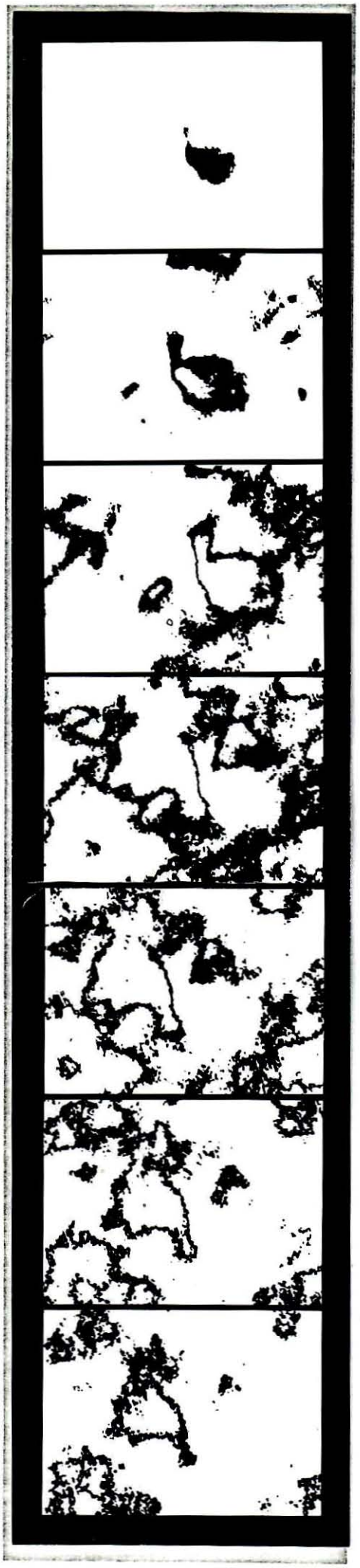
9. ANHANG II. ÄQUIDENSITENTECHNIK

9.1. Äquidensiten - Theoretischer Teil

Bei der Durchstrahlungselektronenmikroskopie kristalliner Stoffe hat das entstandene Bild im allgemeinen mit dem abgebildeten Objekt nur wenig gemein. Dies folgt schon aus der abstrakten Natur der Kristallbaufehler. Um aus dem erhaltenen Bild auf die zugrunde liegende Struktur schliessen zu können, sind deshalb immer mehr oder weniger umfangreiche Kontrastrechnungen notwendig. Meist bestehen sie in der Berechnung der Intensität oder des Kontrastes längs einer Linie mit bestimmter Richtung, (z.B. Intensität in Abhängigkeit des Abstandes von einer Versetzung) manchmal auch in der Berechnung der Linien gleichen Kontrastes. Oft ergeben die Rechnungen so prägnante Aussagen über den Kontrast eines speziellen Defekts, daß der Vergleich Bild-Rechnung eindeutig und einfach ist. Manchmal ist jedoch eine quantitative Auswertung des Bildes Voraussetzung für einen Vergleich mit berechneten Kontrastprofilen. Dies geschieht im allgemeinen mit einem Mikrodensitometer, jedoch hat diese Methode einige Nachteile:

(1) Beim densitometrischen Ausmessen eines Bildes wird pro Arbeitsgang nur die Dichte entlang einer Linie erfasst, die erhaltene Kurve ist somit abhängig von Untergrundschwankungen und lokalen Effekten.
(2) Vor allem bei kleinen Strukturen ist die Methode schwierig und zeitraubend, bei hoher photographischer Nachvergrößerung führt die Körnigkeit des Filmes zu unerwünschten Effekten.
(3) Kurven gleicher Intensität, d.h. Densitogramme von Flächen können überhaupt nicht, oder nur in langwieriger Arbeit gewonnen werden.

Alle diese Nachteile vermeidet das Äquidensitenverfahren, allerdings mit Verlust von Auflösung. Es wird im folgenden in seiner Anwendung auf Schwarz- Weiß- Kontraste beschrieben.



Verfahren zur Herstellung Flächen gleicher Dichte aus einem gegebenen Negativ oder Positiv sind seit langem bekannt. Jedoch ist erst seit der Herstellung eines Spezialfilms (Agfa-Contour Professional) die Äquidensitentechnik einfach und problemlos in jedem Labor anzuwenden. Dieser Film hat die Eigenschaft, sich bei Belichtung überall dort zu schwärzen, wo die während der Belichtungszeit eingefallene Lichtdosis einen gegebenen Wert über- oder unterschreitet. Kopiert man also ein Negativ auf diesen Film, so wird, abhängig von der Belichtungszeit, nur derjenige Teil des Filmes ungeschwärzt bleiben, der einer Fläche gleicher Dichte des Negatives entspricht. Dabei ist der Ausdruck "gleiche Dichte" nicht als singulärer Dichtewert aufzufassen, sondern als Dichteintervall einer gewissen, durch Filterung des Lichtes in weiten Grenzen variierbarer, Breite.

Kopiert man ein gegebenes Negativ mit verschiedenen Belichtungszeiten auf den Äquidensitenfilm, erhält man eine Äquidensitenreihe, die alle im

Fig. 9.1. Äquidensitenreihe eines stark gestörten S-W-Kontrastes

Negativ vorkommenden Graustufen umfassen kann (Fig. 9.1.).

Das Verfahren kann leicht quantitativ gemacht werden, indem man bei allen Auszügen einen Graukeil mitkopiert. Die aufgrund der zwar hohen, aber endlichen Steilheit des Äquidensiten - Filmes noch vorhandenen Grautöne lassen sich, sofern sie stören, durch Umkopieren auf harten Film leicht unterdrücken.

Fertigt man zwei Äquidensiten - Auszüge bei Dichtewerten etwas ober- bzw. unterhalb des Untergrundes an und kopiert sie zusammen, so läßt sich das erhaltene Bild direkt mit gerechneten Kontrastfiguren vergleichen. Wie Fig. 9.2. zeigt, lassen sich erst auf diese Weise viele Details sicher erkennen.

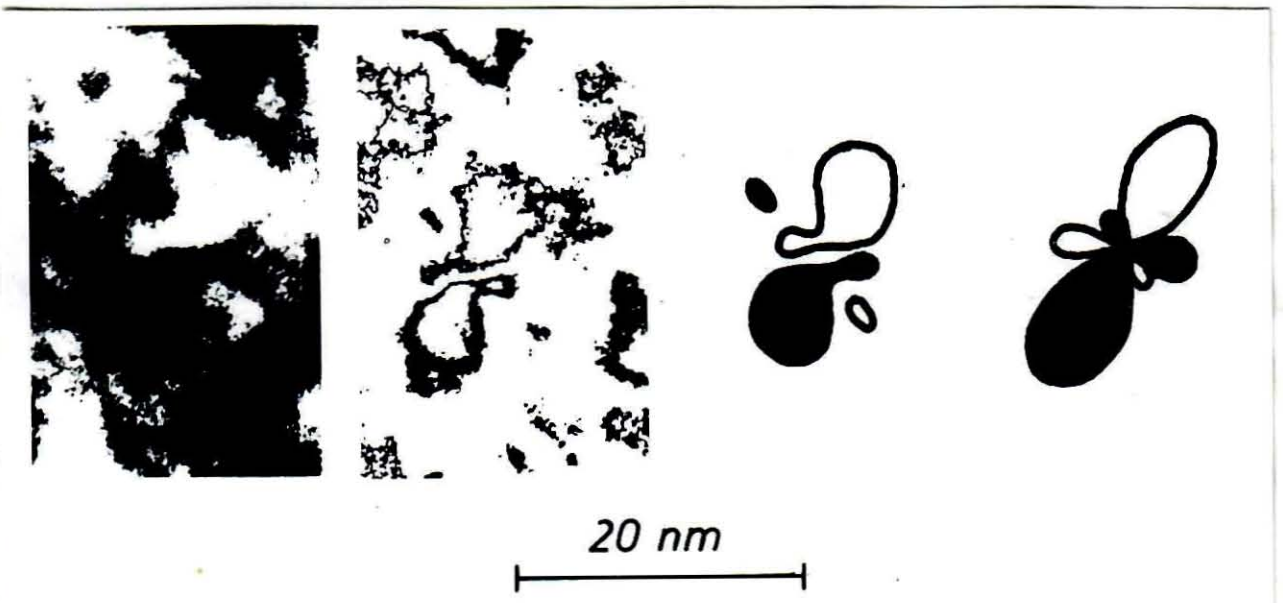


Fig. 9.2. Vergleich: Original - Äquidensiten - empirische Kontrastfigur - gerechnete Kontrastfigur

Ein weiterer Vorteil ist, daß der erhaltene Auszug nach Umkopieren auf Dokumentenfilm fast unbegrenzt vergrößerungsfähig ist. Dies ist vor allem bei kleinen Motiven von Nutzen, vor allem dann, wenn das Bild einem größeren Kreis zugänglich gemacht werden soll.

Im folgenden sei der genaue Gang des Verfahrens, wie es bei uns angewandt wurde, kurz beschrieben:

(1) Anfertigung eines vergrößerten Zwischennegatives vom Objekt (nicht unbedingt nötig.)
(2) Anfertigung einer Äquidensitenreihe. Sollen später mehrere Äquidensiten übereinander kopiert werden, wird eine Lochstanze und eine Registrierleiste benötigt, um sicher zu stellen, daß alle Äquidensiten die gleiche Lage bezüglich des Originals haben. Dazu werden die einzelnen Filme gelocht, und sind dann auf der unverrückbar montierten Registrierleiste immer in der gleichen Lage bezüglich des Originals.
(3) Werden zum Vergleich mit Rechnungen mehrere Äquidensiten benötigt,- z.B. der "schwarze" und "weiße" Teil eines Schwarz- Weiß- Kontrastes - kopiert man die nötigen Auszüge wieder mit Hilfe von Lochstanze und Registrierleiste nacheinander entweder direkt auf das Photopapier oder auf ein weiteres Negativ.

Für eine detailliertere Beschreibung des Verfahrens, sowie für weitergehende Techniken siehe /36/.

9.2. Äquidensiten - ästhetischer Teil

Das weiter oben beschriebene Verfahren erlaubt pro Bild die Darstellung einer oder zweier Äquidensiten. Soll der gesamte Dichteverlauf eines Objektes dargestellt werden, muß die ganze Reihe in einer Serie von Einzelbildern betrachtet werden. (Fig. 9.1.) Dabei ist ohne Nachmessen kaum zu erkennen, ob und wie weit aufeinander folgende

Äquidensiten sich überlappen, außerdem ist eine Reihe von Einzelbildern naturgemäß nicht in der Lage, beim Betrachten einen unmittelbaren Eindruck des Objektes zu geben. Dieser Nachteil kann vermieden werden, wenn die einzelnen Äquidensiten nacheinander mit verschiedenen Farben auf Farbpapier (bzw. zuerst auf Farbfilm) kopiert werden. Jedem Grauton des Objektes entspricht dann eine bestimmte, frei wählbare, Farbe. Überlappen sich die Äquidensiten, so ist das an der im Überlappungsgebiet entstandenen Mischfarbe leicht zu sehen; stoßen sie nicht direkt aneinander, werden die Farben durch einen schwarzen Rand getrennt.

Das so gewonnene Farbbild stellt ein genaues Abbild des Objektes dar, nur daß jetzt jede Graustufe durch ihre Farbe klar gegenüber den anderen abgegrenzt ist. Dies bietet eine außerordentlich gesteigerte Erkennbarkeit charakteristischer Details, da die beim Betrachten eines Schwarz- Weiß- Bildes immer vorhandene optische Täuschung, nämlich die Falschbeurteilung einer Graustufe je nach Grauton der Umgebung, gänzlich beseitigt ist. Außerdem sind die Bilder jetzt beliebig vergrößerungsfähig, ein oft beträchtlicher Vorteil.

Die größere Mühe, der man sich zur Herstellung eines Farbäquidensitenbildes unterziehen muß, wird außer mit den oben geschilderten Vorteilen auch noch durch den meist hohen ästhetischen Wert der gewonnenen Bilder belohnt.

Den hier gezeigten Bildern liegt als Objekt ein stark verzerrter Schwarz- Weiß- Kontrast (Fig. 9.3. Original von Häussermann /37/) und ein normaler Schwarz- Weiß- Kontrast mit Innenstruktur (Fig. 9.4. Original auf Fig. 4.5.) zugrunde. Die einzelnen Graustufen wurden dabei in folgende Farben umgesetzt:

weiß ——————————————————→ schwarz

weiß, gelb, rot, purpur, blau, blaugrün, grün, schwarz

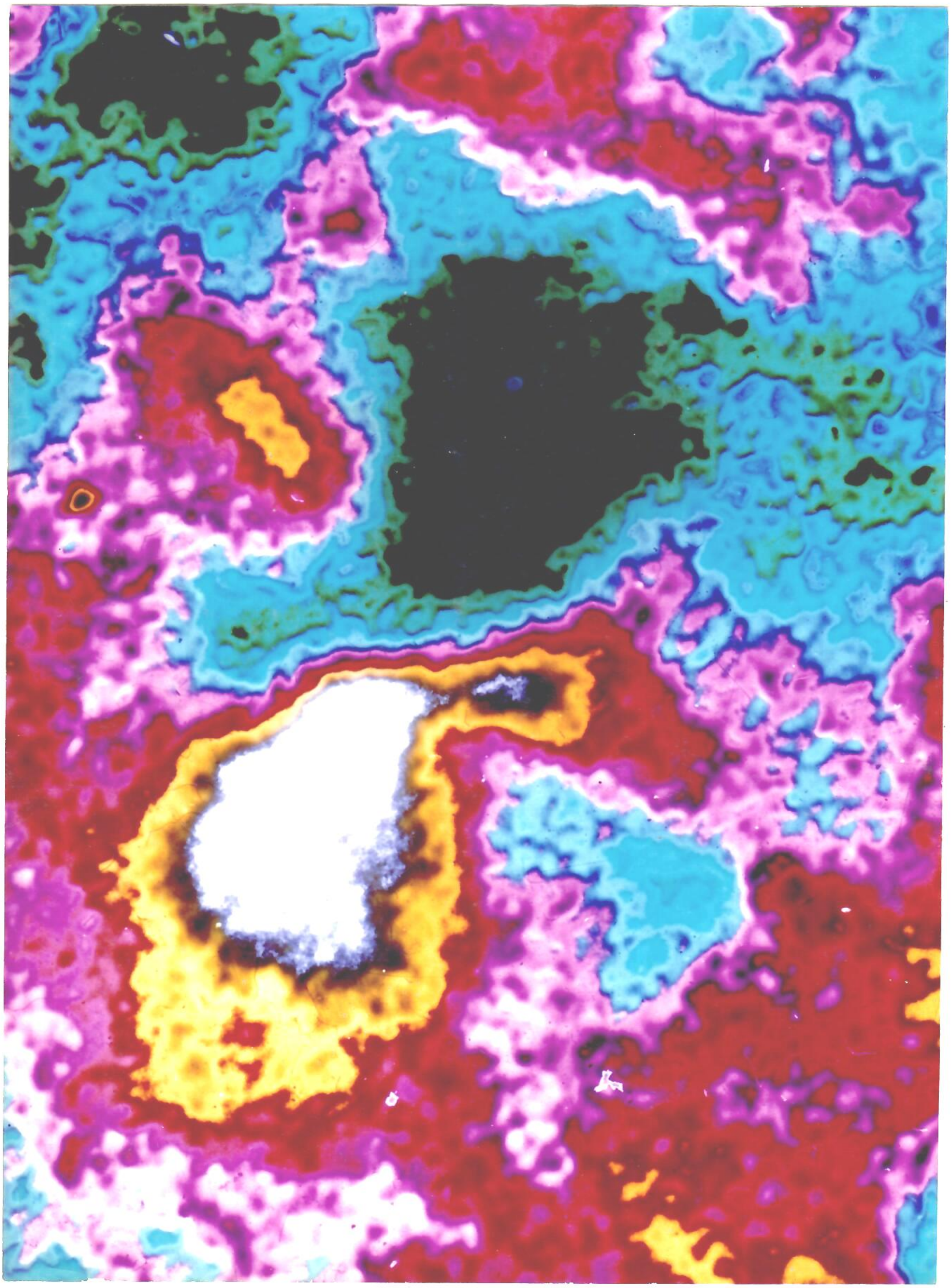


Fig. 9.5. Farbäquidensite eines stark gestörten S-S-Kontrastes. v ≈ 10 000 000 x;

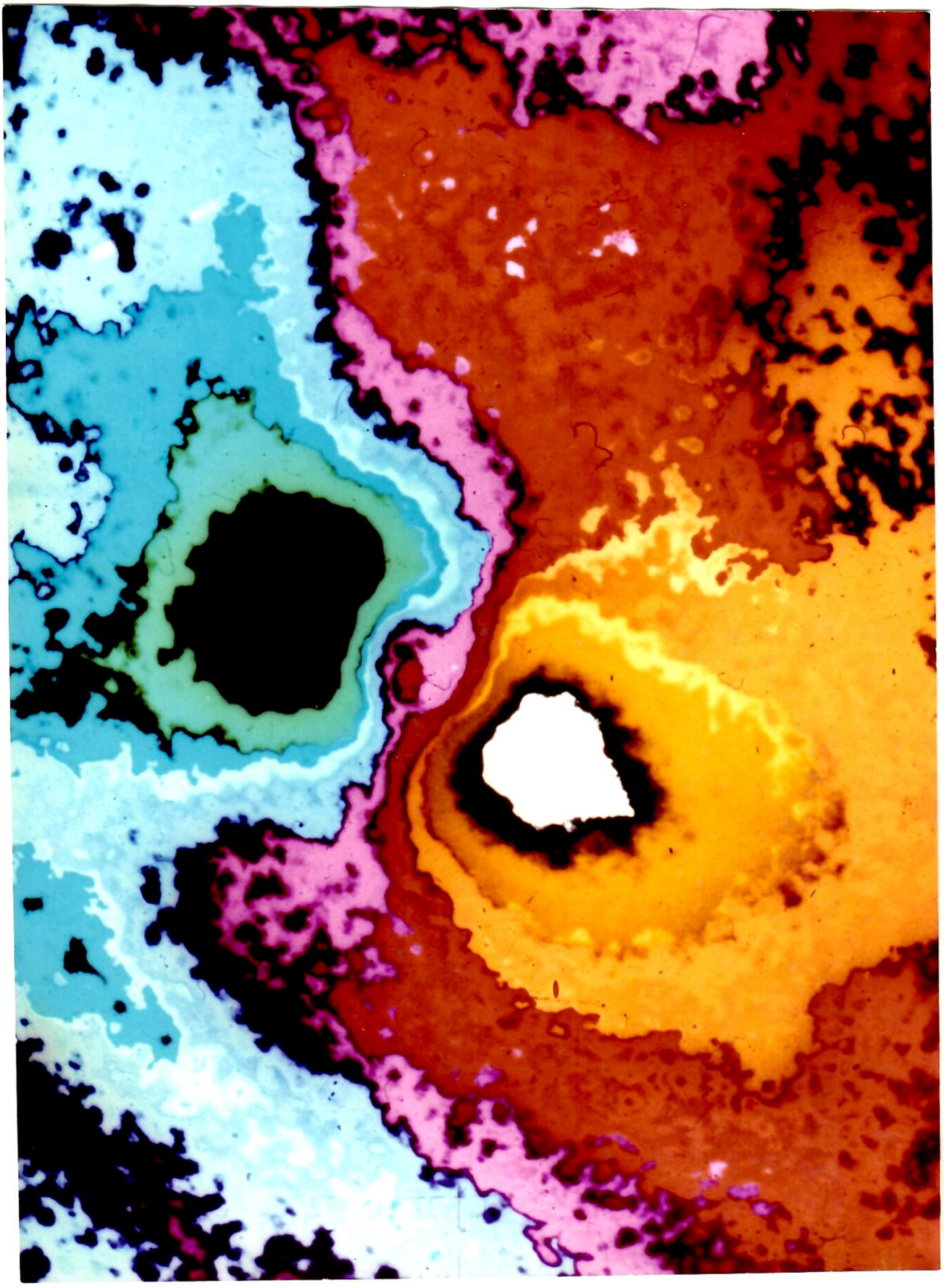


Fig. 9.4. Farbäquidensite eines normalen Kontrastes mit Innenstruktur

10. ANHANG III. INDIZIERUNG VON RICHTUNGEN UND EBENEN IM HEXAGONALEN GITTER; REZIPROKES UND PSEUDOREZIPROKES GITTER

Die Indizierung von Ebenen und Richtungen im hexagonalen System, sowie die Bildung von Produkten zwischen Vektoren des realen und reziproken Gitters bietet einige begriffliche Schwierigkeiten, so daß sie an dieser Stelle kurz erläutert werden soll. Wir beziehen uns dabei in fast allen Punkten auf /26/.

Die üblicher Weise angewandte Vierer- Indizierung (Miller - Bravais - Indizierung) bietet den Vorteil, Ebenen und Richtungen des gleichen kristallographischen Typs an der Indizierung sofort erkennen zu können. Beschreibt man eine Ebene zunächst im Dreier - System durch ihre Miller-Indizes $\{hkl\}$, geht dann über zur Vierer - Indizierung $\{hkil\}$, so folgt

$$h + k + i = 0 \quad .$$

Das gleiche Verfahren versagt jedoch bei Angabe von Richtungen. Ein Vektor $\underline{r}$ im Dreier - System

$$\underline{r} = U\underline{a}_1 + V\underline{a}_2' + W\underline{c}$$

geht im vierer - System über in

$$\underline{r} = u\underline{a}_1 + v\underline{a}_2 + t\underline{a}_3 + w\underline{c} \quad ,$$

wobei

$$u = 1/3(\,2U - V\,) \qquad t = -(\,u + v\,)$$
$$v = 1/3(\,2V - U\,) \qquad w = W \quad .$$

Zu beachten ist, daß der Vektor $\langle hkil \rangle$ im allgemeinen nicht senkrecht auf der Ebene $\{hkil\}$ steht.

Ein reziprokes Gitter zu vier Grundachsen ist per definitionem nicht existent. Man betrachtet also zunächst das reziproke Gitter zu den drei Achsen $\underline{a}_1$, $\underline{a}_2$ und $\underline{c}$; seine Achsen seien $\underline{a}_1^*$, $\underline{a}_2^*$, $\underline{c}^*$. Dann gilt

$$\underline{a}_1^* = 2(2\underline{a}_1 + \underline{a}_2)/3a^2$$
$$\underline{a}_2^* = 2(\underline{a}_1 + 2\underline{a}_2)/3a^2$$
$$\underline{c}^* = \underline{c}/c^2$$

Ein Vektor in diesem reziproken Gitter steht per definitionem senkrecht auf der Ebene mit der gleichen Dreier - Indizierung im realen Gitter. Will man nun auch im reziproken Raum die Vierer - Indizierung anwenden, muß ein pseudoreziprokes Gitter so gefunden werden, daß in ihm ein Vektor mit der Indizierung $\{hkil\}$ auf der Ebene $\{hkil\}$ im realen Gitter senkrecht steht. Da nun die Ebene $\{hkl\}$ dieselbe ist, wie die Ebene $\{hkil\}$, besteht die Aufgabe darin, den Vektor

$$\underline{g} = h\underline{a}_1^* + k\underline{a}_2^* + l\underline{c}^*$$

auszudrücken als

$$g = h\underline{A}_1 + k\underline{A}_2 + i\underline{A}_3 + l\underline{C} \ .$$

Aus diesen Gleichungen folgt zusammen mit der Bedingung

$$h + k + i = 0$$

die Definition der Basisvektoren $\underline{A}_i$, $\underline{C}$ des pseudoreziproken Gitters, und zwar gilt:

$$\underline{A}_1 = 2/3a^2 \ \underline{a}_1 \qquad \underline{A}_2 = 2/3a^2 \ \underline{a}_2$$
$$\underline{A}_3 = 2/3a^2 \ \underline{a}_3 = -(\underline{A}_1 + \underline{A}_2) \qquad \underline{C} = 1/c^2 \ \underline{c}$$

Das pseudoreziproke Gitter ist also mit dem realen Gitter, abgesehen von der verschiedenen Länge der Basisvektoren, identisch.

In diesem System steht der Vektor $\{hkil\}$ senkrecht auf der Ebene $\{hkil\}$ des realen Gitters. Der große Vorteil des pseudoreziproken Systems ist, daß sich mit ihm Produkte zwischen Vektoren des realen und des pseudoreziproken Gitters besonders einfach ausrechnen lassen, es gilt:

$$\underline{g} = \{hkil\} \qquad \underline{r} = \langle uvtw \rangle$$

$$\underline{g}\,\underline{r} = (h\underline{A}_1 + k\underline{A}_2 + i\underline{A}_3 + l\underline{C})$$
$$(u\underline{a}_1 + v\underline{a}_2 + t\underline{a}_3 + w\underline{c})$$
$$= hu + kv + it + lw$$

Produkte zwischen zwei Vektoren im realen oder im pseudoreziproken Gitter sind etwas komplizierter zu errechnen, es gilt:

$$\underline{r}_1 = \langle u_1 v_1 t_1 w_1 \rangle \qquad \underline{r}_2 = \langle u_2 v_2 t_2 w_2 \rangle$$

$$\underline{r}_1\,\underline{r}_2 = (3a^2/2)(u_1u_2 + v_1v_2 + t_1t_2 + \lambda^2 w_1w_2)$$

$$\underline{g}_1 = \{h_1k_1i_1l_1\} \qquad \underline{g}_2 = \{h_2k_2i_2l_2\}$$

$$\underline{g}_1\,\underline{g}_2 = (3a^2/2)(h_1h_2 + k_1k_2 + i_1i_2 + \lambda^{-2} l_1l_2)$$

$$\lambda^2 = (2/3)(c/a)^2$$

LITERATURVERZEICHNIS

/1/ M. Wilkens, Vacancies and Interstitials in Metals. Hrsg. A. Seeger, D. Schuhmacher, W. Schilling, J. Diehl North Holland Amsterdam (1969) p. 485

/2/ M. Rühle, Proc. of the Symposium on Radiation Damage in Reactor Materials, Vol. 1 (Vienna, 1969) p. 113

/3/ M. Wilkens, M. Rühle, F. Häussermann; J. Microscopie (1973) 16 , 199 - 214

/4/ B. L. Eyre, J. Phys. F. Metal Phys. 3, 422, (1973)

/5/ M. Wilkens, M. Rühle, phys. stat. sol. (b) 49, 749, (1973)

/6/ M. Wilkens Proc. Intern. School on Elrctron Micr. in Material Science, Erice 1973 c. i. d. Luxemburg

/7/ U. Essmann, M. Wilkens, phys. stat. sol. 4 (1964) K 53

/8/ M. Rühle phys. stat. sol. 19, 263 (1967)

/9/ M. Rühle phys. stat. sol. 19, 279 (1967)

/10/ F. Häussermann phil. mag. 25 (1972) 537

/11/ C. Gómez - Giráldez et. al. im Druck Albuquerque (1972)

/12/ F. Häussermann phil. mag. 25 (1972) 561

/13/ F. Häussermann phil. mag. 25 (1972) 583

/14/ T.D J.M Gulden und Bernstein phil. mag. 14 (1966) 1087

/15/ J. L. Brimhall, B. Mastel phys. stat. sol. 27 (1968) 419

/16/ W. Pfeiffer phys. stat. sol. 2 (1962) 1727

/17/ W. Pfeiffer phys. stat. sol. 3 (1963) 145

/18/ P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley M. J. Whelan, Electron Microscopy of Thin Crystals Butterworths London 1967

/19/ M. Wilkens phys. stat. sol. 6 939 (1964)

/20/ F. Kroupa Czech. J.Phys. A 13 (1963) 301

/21/ K. G. McIntyre et. al. phil. mag. 21 (1970) 853

/22/ A. Seeger, H. Kronmüller, O. Boser, M. Rapp phys. stat. sol. 3 (1963) 1107

/23/ W. Dander, private Mitteilung

/24/ H. M. Thieringer, H. Strunk Zeitschrift für Metallkunde 69 (1969) 584

/25/ W. Jäger Diplomarbeit 1972 Universität Stuttgart

/26/ P. R. Okamoto, G. Thomas phys. stat. sol. 25 (1968) 81

/27/ P. G. Partridge, Metallurgical Review(1967) p. 169

/28/ K. P. Chik, M. Wilkens, M. Rühle phys. stat. sol. 23 (1967) 113

/29/ K. B. Winterbon Atomic Energy of Canada Limited Chalk River Ontario 1968

/30/ B. L. Eyre, in Defcts in Refractory Mrtals, eds R. de Batist, u. a. S. C. K. / C. E. N. Mol, (1972), 311

/31/ P. G. Bacon, R. G. Crockner Lattice Defects in Quenched Metals, edited by R. M. J. Cotteril et. al. (Academic Press) 1965, p. 667

/32/ P. M. Kelly, R. G. Blake phil. mag. 28 (1973) 415

/33/ Diehl, Diepers, Hertel Can. J. Phys. 46 (1968) 647

/34/ A. Seeger Intern. Conf. Peaceful Uses of Atomic Energy, 6 (1958) 250

/35/ M. Wilkens phys. stat. sol. 9 (1965) 255

/36/ Agfa-Contour Profesional in der Photographik Agfa-Gevaert AG Leverkusen

/37/ F. Häussermann private Mitteilung

Herrn Professor Dr. A. Seeger danke ich für die Aufnahme in sein Institut und für die Förderung dieser Arbeit. Herrn Dr. M. Wilkens danke ich für die Themenstellung, sowie für zahlreiche wertvolle Anregungen, während der Durchführung und Fertigstellung dieser Arbeit. Herrn Dipl. phys. W. Jäger und Herrn Dr. M. Rühle sowie Herrn Dr. H. Mughrabi danke ich für die Einführung in die experimentelle Arbeit und die hilfreiche Unterstützung in praktischen und theoretischen Fragen. Herrn Dipl. phys. W. Dander danke ich für die Überlassung der Kobalteinkristalle. Herrn Dipl. phys. K.H. Katerbau und Herrn Dipl. phys. U. Gösele danke ich für wertvolle Gespräche über theoretische Fragen. Frl. M. Rapp gilt mein besonderer Dank für die Einführung in die praktische Elektronenmikroskopie und die Probenpräparationen, sowie für ihre hilfreiche Unterstützung bei vielen experimentellen Problemen. Mein herzlicher Dank gilt Frau I. Klicpera für ihre wertvolle Hilfe bei photographischen und zeichnerischen Arbeiten.