

Spektrometrie von Elektronen-Interferenzen*

I. Elektronenoptischer Strahlengang zur Geschwindigkeits-Analyse

Von F. LEONHARD

Aus dem Physikalischen Institut der Universität Tübingen,

Abteilung für experimentelle und angewandte Physik

(Z. Naturforschg. 9a, 727—734 [1954]; eingegangen am 16. Juni 1954)

Es wird ein elektronenoptisches Verfahren beschrieben, mit dem die chromatische Zusammensetzung von Elektronen-Interferenz-Diagrammen von polykristallinen Substanzen mit hoher spektraler Trennschärfe quantitativ festgestellt werden kann. Als dispersives Element dient der hochauflösende elektrostatische Geschwindigkeits-Analysator (elektrostatische Langlochlinse). Ein spaltförmiges, den Primärstrahl und Reflexe bis zu 5° enthaltendes Teilgebiet eines Debye-Scherrer-Diagramms bei 50 kV Strahlspannung wird durch die analysierende Linse geleitet und dadurch spektral zerlegt, so daß durch den Streuprozess eingetretene Energie-Verluste von wenigen eVolt erkennbar werden.

Im Teil I dieser Untersuchung wird der elektronenoptische Strahlengang und der Versuchsaufbau dargestellt. Als Ergebnis wird die spektrale Zerlegung eines Debye-Scherrer-Diagramms von Gold demonstriert.

Die Auswertung der Versuchsergebnisse, insbesondere die Bestimmung des Verhältnisses der chromatisch oder elastisch gestreuten Elektronen zur Gesamtzahl der Primärelektronen in Abhängigkeit von Ordnungszahl und Dicke der Streusubstanz und der Vergleich mit der Theorie sind dem Teil II vorbehalten.

§ 1. Übersicht über die Entwicklung des Problems

Nach den ersten grundlegenden Untersuchungen Ph. Lenards über den Durchgang von Elektronen durch Materie, die die Erfahrung der Winkelstreuung der Elektronen einbrachten und durch Streuabsorptionsmessungen zu der Erkenntnis des Aufbaues der Atome aus elektrisch geladenen Massezentren subatomarer Ausdehnung führten, wurde das Problem der Wechselwirkung von bewegten Ladungsträgern und Materie dadurch um einen weiteren Schritt fortentwickelt, daß Rutherford¹ aus Streuversuchen mit α -Strahlen den Schluß zog, daß die gesamte Masse und positive Ladung des Atoms auf engstem Raum im Kern konzentriert sei und aus diesen Voraussetzungen für die Einfachstreuung von α -Teilchen eine typische statistische Streuverteilung berechnete — die Rutherford-Verteilung, die auch für die Einfachstreuung von Elektronen Gültigkeit besitzt.

Während Streuversuche mit α -Teilchen die Rutherfordschen Berechnungen bestätigten (Geiger und Marsden 1913), wurde das Rutherford-Gesetz bei Untersuchungen mit Elektronenstrahlen nur angenähert verifiziert. Ein Kriterium für die im Rutherfordschen Gesetz geforderte Einfachstreuung gegenüber der Mehr- und Vielfachstreuung ist von Wentzel² angegeben, nach welchem die Versuchsbedingungen so eingestellt werden konnten, daß die in jeder Messung vorhandenen und nicht auszuschaltenden Intensitäts-

anteile mehr- und vielfach gestreuter Elektronen so klein gehalten werden konnten, daß sie vernachlässigbar waren. Dies ist bei Untersuchungen mit sehr schnellen Elektronen, dünnen Streupräparaten und Messungen bei großen Streuwinkeln, die von Geiger, Bothe und anderen^{3,4,5} durchgeführt wurden, der Fall.

Abgesehen von der nicht leicht zu realisierenden Forderung, reine Versuchsbedingungen für Einfachstreuung herzustellen, konnte die Rutherford-Verteilung deshalb nur angenähert verifiziert werden, weil sich für die Streuung mit Elektronen die Erschwerung ergab, die durch die Wechselwirkung der Strahlelektronen mit den Atomelektronen zusätzlich auftretende unelastische Streuung zu eliminieren. Durch den Umstand, daß die unelastischen Streuanteile auch bei großen Winkeln nicht mit einfachen Mitteln aus den Messungen fernzuhalten sind, ist die Zahl der Elektronenstreuversuche dieser Art sehr gering, und die Ergebnisse der wenigen sind verhältnismäßig unsicher.

Die unelastische oder Geschwindigkeits-Streuung der Elektronen ist bereits in früheren Versuchen von Leithäuser⁶ entdeckt worden. Seit dieser Entdeckung wurden bis in die jüngste Zeit hinein Geschwindigkeitsanalysen an gestreuten Elektronen mit dem Ziel durchgeführt, aus ihnen einen Aufschluß über die Vorgänge der Absorption der Elektronen bzw. der Anregung und Ionisation der Atome zu gewinnen. Über das nach den früheren Ergebnissen dieser Versuche von Terrill⁷ aufgestellte empirische Gesetz der wahr-

* Siehe Kurzmitteilung: G. Möllenstedt u. F. Leonhard, Phys. Verh. 2, 32 [1951].

¹ E. Rutherford, Phil. Mag. 21, 669 [1911].

² G. Wentzel, Ann. Phys., Lpz. 69, 335 [1922].

³ H. Geiger u. W. Bothe, Phys. Z. 22, 585 [1921].

⁴ O. Klemperer, Ann. Phys., Lpz. 3, 489 [1929].

⁵ H. V. Neher, Phys. Rev. 38, 1321 [1931].

⁶ E. Leithäuser, Ann. Phys., Lpz. 15, 283 [1904].

⁷ O. Terrill, Phys. Rev. 22, 101 [1932].



scheinlichsten Geschwindigkeitsverluste hinaus wurden in den letzten Jahren mit Anordnungen sehr hoch gesteigerten Auflösungsvermögens, wie der verschärften magnetischen Halbkreisemethode, in Versuchen von Kossel und Ruthemann⁸, die überraschenden Ergebnisse der diskreten Geschwindigkeitsverluste gefunden. Sie konnten in Experimenten mit dem elektrostatischen Geschwindigkeitsanalysator von Möllenstedt⁹ für höhere Geschwindigkeiten bestätigt und ergänzt werden. Mit diesen letzten Resultaten der Geschwindigkeitsanalyse ist von der Geschwindigkeitsstreuung im nicht abgelenkten Streustrahlbündel ein Erfahrungsbestand geschaffen worden, zu dem noch eine völlig befriedigende Interpretation fehlt. Inzwischen wurde von Bohm und Pines¹⁰ eine theoretische Ableitung des diskreten Geschwindigkeitsverlustes angegeben.

Um nunmehr der theoretischen Behandlung dieses Problems eine weitere Übersicht zu geben, soll in der folgenden Arbeit versucht werden, eine Analyse der Geschwindigkeitsstreuung bei größeren Streuwinkeln bis zu 5° durchzuführen.

Mit Einführung wellenmechanischer Überlegungen ist von Wentzel¹¹, Born¹² und von Mott¹³ die für die Intensitätsverteilung (elastisch) kohärent gestreuter Elektronen maßgebende Größe des Atomformfaktors berechnet worden. Sie stellt das Quadrat der Atomformamplitude dar, die sich als Resultierende aller im abgeschirmten elektrischen Feld der Atomkerne gebeugten und interferierenden Streuwellen ergibt. Sie ist eine monotone Funktion des Streuwinkels.

In dem Intensitätsverlauf von Interferenzbildern polykristalliner Proben, wie sie nach der Aufstellung der de Broglieschen Beziehungen zuerst von Thomson¹⁴ mit schnellen Elektronen dargestellt wurden, war eine zuverlässige Möglichkeit gegeben, die Atomformfaktorfunktion zu prüfen, da in den Interferenzintensitäten mit Gewißheit eine Auslese einfach elastisch gestreuter Elektronen gegeben war. Vergleichsuntersuchungen dieser Art wurden von Thomson¹⁵ und Mark und Wierl¹⁶ durchgeführt und ergaben vollständige Übereinstimmung der experimentellen Werte mit den berechneten Funktionen.

Bei der Darstellung von Interferenzdiagrammen mit schnellen Elektronen erhöht sich nach den Wentzelschen Überlegungen [da die Interferenzmaxima bei kleinen Winkeln liegen] die Wahrscheinlichkeit für das Erscheinen eines größeren Anteils mehrfach gestreuter Elektronen. Weiterhin ergibt sich aus theoretischen Berechnungen von Morse¹⁷ und jüngeren Über-

legungen von Koppe¹⁸ der Tatbestand, daß der Anteil unelastisch gestreuter Elektronen mit kleinerem Streuwinkel stärker ins Gewicht fällt. Diese vergrößerten Anteile unelastisch und mehrfach gestreuter Elektronen lassen sich in den Interferenzdiagrammen dem äußeren Erscheinungsbild nach als besondere Streugruppe — dem diffusen Untergrund — zusammenstellen. In einer Reihe von experimentellen Arbeiten von White¹⁸, Haque¹⁹, Tol²⁰, Sjenitzer²¹ u. a.²² wurde der Intensitätsverlauf des diffusen Untergrundes mit dem Streuwinkel untersucht, wobei dieser Untergrund allgemein als Streugruppe von Elementen gleicher Art aufgefaßt, z. B. als unelastische Streuung, und mit dem Kurvenverlauf theoretischer Berechnungen von Morse verglichen wurde. Es ist indessen in keinem Falle Übereinstimmung mit diesen gefunden worden. Die Meinungen, die auf Grund dieser Vergleiche zwischen Experiment und spezieller Theorie über die Zusammensetzung und das Zustandekommen des Untergrundes bei den verschiedenen Autoren gefaßt wurden, sind sehr verschieden.

Ein Versuch, die spektrale Zusammensetzung des Untergrundes mit Hilfe des chromatischen Fehlers einer magnetischen Elektronenlinse nach der Methode des Busch'schen Monochromators zu analysieren, der von Nie²³ unternommen wurde, erbrachte kein positives Ergebnis. Es wurden außerhalb des durch das Auflösungsvermögen von 250:1 nicht zu erfassenden Geschwindigkeitsbereiches von 200 eV bei einer Primärgeschwindigkeit von 50 keV keine verzögerten Intensitäten gemessen. Nie kommt auf Grund dieser Ergebnisse zu der Vermutung, daß im Untergrund nur elastisch mehrfach gestreute Elektronen enthalten seien.

Daß aber ein starker unelastischer Streuanteil im Untergrund enthalten sein muß, läßt sich qualitativ den Untersuchungen von Boersch²⁴ entnehmen, in denen das Interferenzbild einer polykristallinen Streufolie durch ein Gegenfeld von Elektronen vermindelter Geschwindigkeit bis auf einige Volt an die Primärgeschwindigkeit heran ausgefiltert wurde, und in dem die Interferenzmaxima gegenüber dem Untergrund sehr viel stärker hervortreten als in einem nicht gefilterten Bild.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß die Frage nach der spektralen Zusammensetzung des diffusen Streuuntergrundes noch nicht befriedigend beantwortet worden ist. Den in jüngerer Zeit gemachten theoretischen Untersuchungen von Molière²⁵, von Borries und Koppe²⁶ und Marton und Schiff²⁷

⁸ G. Ruthemann, *Ann. Phys., Lpz.* **2**, 113 [1948].

⁹ G. Möllenstedt, *Optik* **5**, 499 [1949].

¹⁰ D. Pines u. D. Bohm, *Phys. Rev.* **85**, 338 [1952].

¹¹ G. Wentzel, *Z. Phys.* **40**, 590 [1927].

¹² M. Born, *Z. Phys.* **38**, 803 [1926].

¹³ N. F. Mott, *Proc. Roy. Soc., A* **125**, 660 [1929].

¹⁴ G. P. Thomson, *Proc. Roy. Soc., A* **125**, 352 [1929].

¹⁵ G. P. Thomson u. N. F. Mott, *Nature, Lond.* **124**, 986 [1929].

¹⁶ H. Mark u. R. Wierl, *Z. Phys.* **60**, 741 [1930].

¹⁷ P. M. Morse, *Phys. Z.* **33**, 443 [1952].

¹⁸ P. White, *Phil. Mag.* **9**, 641 [1930].

¹⁹ A. Haque, *Proc. Phys. Soc., Lond.* **52**, 777 [1940].

²⁰ T. Tol, *Diss. Utrecht* 1940.

²¹ F. Sjenitzer, *Diss. Utrecht* 1948.

²² F. Leonhard, *Diplomarbeit Tübingen* 1949.

²³ H. Nie, *Ann. Phys., Lpz.* **35**, 97 [1939].

²⁴ H. Boersch, *Naturwiss.* **35**, 26 [1948].

²⁵ G. Molière, *Z. Naturforschg.* **2b**, 133 [1947].

²⁶ B. v. Borries u. H. Koppe, *Naturwiss.* **34**, 187 [1947].

²⁷ L. Marton u. L. J. Schiff, *J. Appl. Phys.* **12**, 759 [1941].

²⁸ H. Koppe, *Z. Phys.* **124**, 658 [1948].

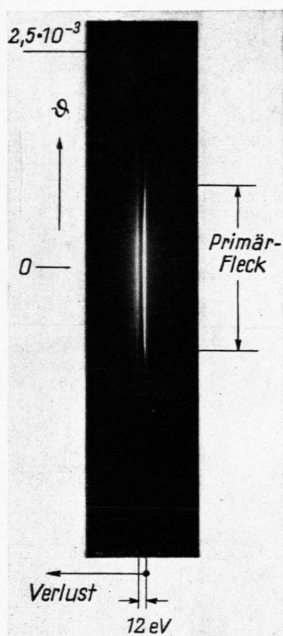


Abb. 1a. Geschwindigkeitsdiagramm des zentralen Elektronenstrahlbündels mit einer Strahlapertur von $2,5 \cdot 10^{-3}$. Spektrum von Luft.

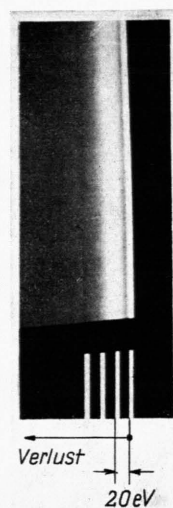


Abb. 1b. Geschwindigkeitsdiagramm von Nickel. Der Analysatorschalt ist ausgeleuchtet bis auf die Eichmarken, die unmittelbar nach der Aufnahme des Geschwindigkeitsdiagramms „gedruckt“ wurden. Charakteristisch ist, daß die Eichmarken auch bei der Abbildung mit verzögerten Elektronen ähnlich bleiben. Die seitliche Begrenzung des ausgeblendeten Geschwindigkeitsdiagramms ist scharf und verläuft in einer Geraden.

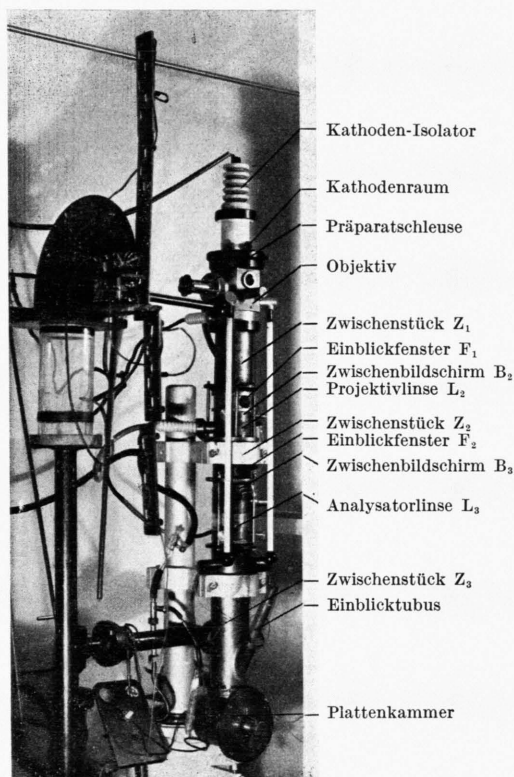


Abb. 8. Ansicht des Versuchsrohres.

Zeitschrift für Naturforschung 9 a, S. 728 a.

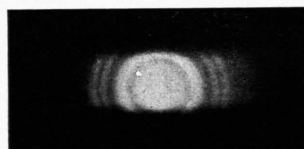


Abb. 9. Interferenzbild auf dem Bildschirm B_4 bei geerdeter Analysatorlinse. Seitliche Begrenzung des Interferenzbildes rührt daher, daß die Spaltbacken am Zwischenbild B_3 sich nicht weiter öffnen ließen. Das Bild wurde durch Änderung der Brechkraft der Projektivlinse statt auf B_3 auf dem Schirm B_4 scharf eingestellt (hier 10-fach vergrößert).

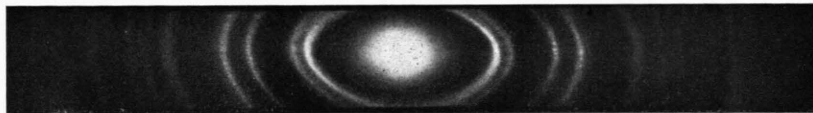


Abb. 10. Interferenzbild auf Bildschirm B_4 bei geöffnetem Analysatorspalt und an Spannung gelegter Mittelelektrode der Analysatorlinse. Zentraler Einschuß. (2-fach vergrößert.)



Abb. 11. Interferenzbild auf Bildschirm B_4 , Analysatorspalt geöffnet und seitlich von der Achse verschoben, Interferenzbild ist nicht ganz zentral in den Spalt eingeschossen. (2-fach vergrößert.)



Abb. 12. Interferenzbild auf Bildschirm B_4 , Analysatorspalt weiter als in Abb. 11 seitlich verschoben. Interferenzbild ist gegen Abb. 11 an der gegenüberliegenden Seite nicht zentriert eingeschossen. Der größte Teil des Diagramms ist bereits im Bereich des zweiten Bildes abgebildet. (Nur der Ausschnitt im Mittelfeld sichtbar, die äußeren Bereiche durch Spaltbacken abgedeckt.) Die scharf erscheinende Abbildungsbegrenzung des Interferenzbildes kommt dadurch zustande, daß dieser Teil im Zwischengebiet des ersten und zweiten Bildes abgebildet wird. Vgl. Abb. 4. Bereich zwischen 1 und 2. (2-fach vergrößert.)



Abb. 13. Interferenzbild auf Bildschirm B_4 , Analysatorspalt weiter als in Abb. 12 seitlich verschoben. Ganze Abbildung erfolgt, soweit sichtbar, im Bereich des zweiten Bildes. (2-fach vergrößert.)



Abb. 14. Geschwindigkeitsdiagramm eines Debye-Scherrer-Bildes, Analysatorspalt auf $10\ \mu$ zugezogen. (Spektrum 2,4-fach vergrößert.)

konnten noch keine experimentellen Ergebnisse gegenübergestellt werden.

§ 2. Disposition zum Versuchsaufbau

Gegenüber den bekannten Verfahren der Kathoden- und β -Strahlspektrographie, wie der magnetischen Halbkreiselmethode*, der Zylinderkondensator- oder der Gegenfeldmethode, erschien das von Möllenstedt⁹ vor kurzem entwickelte Verfahren der chromatischen Analyse schneller Elektronenstrahlen mit der elektrostatischen Langlochlinse besonders geeignet für die Aufgabe, ein Interferenzbild in seiner ganzen Breite zu erfassen und gleichzeitig mit einer hochgesteigerten chromatischen Auflösung spektral zu analysieren und auf diese Weise ein vollständiges Streubild zu gewinnen. Zu diesem Schluß führte folgende Überlegung:

Für die vollständige quantitative Untersuchung der Elektronenstreuung sind, wenn von der Einstellung des Elektronenspins abgesehen wird, eine Reihe von Meßgrößen zu erfassen, aus denen schließlich das vollständige Streubild gewonnen wird. Diese Größen sind:

1. die Intensität (d. i. die Stromdichte der gestreuten Elektronen),
2. die Geschwindigkeit der Streuelektronen,
3. und 4. je eine Winkelgröße (bzw. Länge im Streudiagramm).

Um eine solche vierdimensionale vollständige Streufunktion experimentell zu bestimmen, muß — analog der Aufgabe, die Funktion anschaulich darzustellen — auch im Experiment der Weg eingeschlagen werden, eine Variable als Parameter in der Einzelmessung festzuhalten und diesen bei zeitlich hintereinander folgenden Messungen zu variieren, während alle übrigen Variablen gleichzeitig vollständig wiedergegeben werden können. Die bisher bekannten Streuuntersuchungen verzichteten im allgemeinen darauf, zumindest eine der zur vollständigen Darstellung des Streuvorganges erforderlichen Größen zu erfassen. Wie eignen sich nun die bisher angewandten Verfahren der Elektronenstrahlspektrographie zur Lösung der gestellten Aufgabe?

Da bei magnetischen Methoden Elektronen verschiedener Einfallsrichtung und Geschwindigkeiten sich in Schraubenbahnen verschiedener Steigung und Krümmung bewegen und an weiten Elektronenbündeln zu unübersichtlichen Streubildern führen, wurden diese Verfahren nur angewandt, wenn

die Strahlaperturen in zwei Dimensionen äußerst stark eingengt waren. Der Versuch, sie auf die Erfordernisse einer hochaufgelösten Analyse eines breiten Interferenzbündels anzupassen, erschien schwer durchführbar.

Weniger verwickelt, jedoch auch umständlich, erschienen die Verhältnisse bei der Zylinderkondensatormethode.

Grundsätzlich wären bei der Umgestaltung der Verfahren zwei Wege gangbar, die im folgenden kurz aufgezeichnet seien:

1. Es könnte die Ausblendung des Streustrahls in einem schmalen Ausschnitt senkrecht zur Dispersionsrichtung des Spektrographen vorgenommen werden. Damit würde die Strahlapertur nur in einer Dimension eingengt (Fächerstrahl). In einem solchen Schnitt können rotationssymmetrische Streubilder, wie das Debye-Scherrer-Hull-Diagramm mit einer einzigen photographischen Aufnahme spektral vollständig analysiert werden. Ist diese durch die Symmetrie des Interferenzbildes ausgeglichene Einschränkung der einen Winkelvariablen nicht gegeben, wie z. B. bei Einkristall-Interferenzen, so kann das Streubild an gewissen interessierenden Schnitt„linien“ durch die Blende ausgeschnitten und zur vollständigen Analyse rasterartig zeitlich nacheinander aufgenommen werden.

2. Wird die Apertur des zu analysierenden Strahles in 2 Winkelkoordinaten klein bemessen, so könnte das Interferenzdiagramm durch Schwenken des Strahlsystems und durch kinematographische Aufnahme bzw. Aufnahme mit bewegter Platte zeilenweise ausgetastet werden, ein Verfahren, bei dem die Arbeitsweise des Spektrographen unverändert erhalten, jedoch durch kinematische Aufnahmeeinrichtungen erweitert würde.

Bei der Gegenfeldmethode liegen die Verhältnisse so, daß die geometrischen Variablen, die Streuwinkel, über die ganze Bildbreite aufgenommen werden können; jedoch muß die Geschwindigkeitsverteilung als Parameter aus dem Differentialquotienten der zeitlich hintereinander gemessenen Stromdichten und zugehörigen Gegenspannungen für jeden Punkt des Streudiagramms berechnet werden.

$$i(U) = \frac{d(i_0 - i)}{dU} = - \frac{di}{dU};$$

i_0 , i Stromdichten, gemessen ohne bzw. mit Gegenfeld; $i(U)$ Stromdichte der Elektronen homogener Geschwindigkeit; U Spannung des Gegenfeldes.

* Vgl. L. Marton, Phys. Rev. **87**, 200 (A) [1952].

Durch diese rechnerische Auswertungsarbeit ist das Verfahren verhältnismäßig mühsam zu handhaben.

Aus einigen Aufnahmen der Möllenstedtschen Arbeit (l. c.⁹) läßt sich nun entnehmen, daß die dort angewandte elektrostatische Langlochlinse über einen Öffnungswinkel von $2,5 \cdot 10^{-3}$ — der Objektivapertur des benutzten Elektronenmikroskops — ohne wesentliche geometrische Verzeichnung chromatisch analysierte. Dies ließ darauf schließen, daß der Analysator neben seiner Dispersionseigenschaft noch ausreichend gute Abbildungseigenschaften besaß, die sich zur Analyse und zur geometrischen Wiedergabe eines Interferenzbildes vereinigen ließen (vgl. Abb. 1*).

Die oben wiedergegebene Beobachtung konnte in einem Vorversuch dadurch bestätigt werden, daß der Analysatorspalt mit einem feinmaschigen Netz belegt und der Spalt nur durch die Maschen des Netzes ausgeleuchtet wurde. Auf dem Leuchtschirm erschien dann das Bild des Spaltes als gestrichelte Linie. Es ergab sich, daß die Abbildungen der Spaltabschnitte bei variierten Elektronen Geschwindigkeiten — bis zu 200 eV verminderten — fast unverändert blieben und nur parallel in Dispersionsrichtung verschoben waren.

Damit war der Ausgangspunkt gefunden, das Elektronenstreubündel nach der besprochenen Ausschnittmethode (Fächerstrahl) mit Hilfe der elektrostatischen Langlochlinse vollständig zu analysieren.

Um die zu entwickelnde Versuchsanordnung zu erläutern, sei im folgenden die Wirkungsweise des elektrostatischen Analysators an Hand eines lichtoptischen Strahlenganges wiedergegeben.

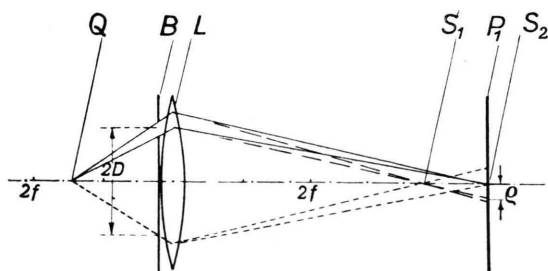


Abb. 2. Dispersionswirkung einer nichtkorrigierten lichtoptischen Linse. Q Lichtquelle, B Blende, L Linse; P₁ Bildschirm-Stellung 1; S₁ ... S₂ = Bildschirmstellung 2; D Achsenabstand der Blende; $q = d$ = Radius des chromat. Fehlerscheibchens bzw. der chromat. Aberration.

* Abb. 1a, b und 8 — 14 auf Tafel S. 728 a u. b.

Wird eine punktförmige Lichtquelle Q, die sich zwischen einfacher und doppelter Brennweite der Linse L (Abb. 2) auf der optischen Achse befinden möge, durch ein enges, die Randzone der Linse durchlaufendes Strahlenbündel abgebildet, so tritt eine chromatische Verschiebung ein, die sich in gleicher Weise berechnen läßt wie der Radius des chromatischen Fehlerscheibchens, das bei symmetrisch zur Hauptachse verlaufenden Strahlenbündel auftritt.

$$d = q = D \frac{df}{f} = D \frac{dn}{1-n};$$

$d = q$ = Radius des chromatischen Fehlerscheibchens; D seitliche Auslenkung der Blende; f Brennweite; df Änderung der Brennweite mit der Lichtwellenlänge.

In analoger Weise gilt für die chromatische Aberration der elektrostatischen Linse in erster Näherung

$$\Delta s = q = V \cdot \alpha_0 C_F \frac{\Delta U}{U};$$

Δs Auswanderung des Bildpunktes; q Radius des chromatischen Fehlerscheibchens bezogen auf die Bildebene; U Beschleunigungsspannung; ΔU Spannungsdifferenz des Energiespektrums; α_0 Öffnungswinkel (auf der Gegenstandsseite); C_F Farbfehlerkonstante (mm).

Um ein hohes Auflösungsvermögen der Anordnung zu erzielen, sollte die Aufnahmeplatte möglichst in die Fokalkurve der Linse eingestellt werden — Stellung P₂ gleich Strecke S₁ ... S₂ in Abb. 2 —. Da indessen im elektronenoptischen Strahlengang eine sehr kleine Apertur vorgegeben ist, ist damit eine große Schärfentiefe der Abbildung verbunden. Dadurch wurde die Auflösung in der Anordnung P₁, die durch die normale Plattenanordnung in der Versuchsanordnung festgelegt war, gegenüber den optimalen Bedingungen nur wenig verschlechtert. Das Auflösungsvermögen der Versuchsanordnung läßt sich nach geometrischen Überlegungen durch die Gleichung

$$\frac{U}{\Delta U} = \frac{UC}{QV}; \quad C = \frac{\Delta s}{\Delta U} = \frac{q}{\Delta U};$$

$$q = pf\alpha \frac{\Delta U}{U}; \quad pf = C,$$

wobei p aber für 2. Bildbereich gilt, angeben. ΔU Auflösungsgrenze; Q Durchmesser der Strahlquelle; V Vergrößerungsmaßstab; C Dispersionskonstante. Um ein ausreichend hohes Auflösungsvermögen zu erreichen, mußte im Experiment der im Bereich des zweiten Bildes liegende, in der Abb. 4 wiedergegebene teleskopische Strahlengang gewählt werden.

Aus Abb. 4 geht hervor, wie bei Abnahme der Elektronengeschwindigkeit der Bildpunkt 2 auf den Punkt 3 zuwandert. Für die Untersuchung erwies

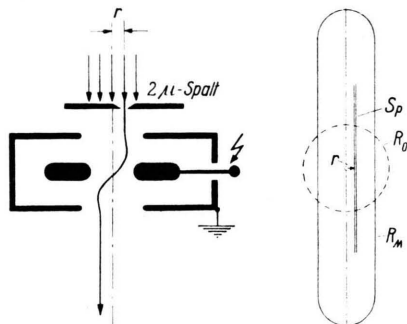


Abb. 3. Strahlenverlauf in den Versuchen von Möllenstedt (l. c. 9).

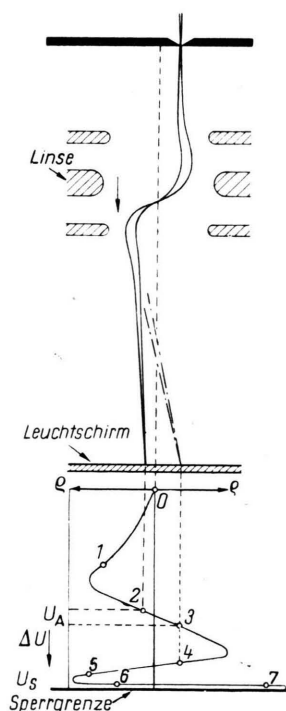
sich, daß ein Arbeiten im Bereich des zweiten Bildes in bezug auf Auflösungsvermögen und Meßbereich am günstigsten war (Punkt 2 in Abb. 4).

Zu der Frage, wie die gesamte Streubreite des Interferenzbildes zu erfassen sei, ergab sich folgender Sachverhalt:

Gegenüber der auf einen Winkel von $2,5 \cdot 10^{-3}$ begrenzten Apertur der Möllenstedtschen Anordnung (l. c. 9) hat der Öffnungswinkel der äußersten erkennbaren Interferenzmaximis von 50kV-Elektronen den Wert von $1 \cdot 10^{-1}$. Damit ist letzterer

Abb. 4 (oben): Strahlen-gang z. Geschwindigkeits-analyse.

Abb. 4 (unten): Kurve zur Auslenkung des Bildpunktes auf dem Leuchtschirm als Funktion der Elektronengeschwindigkeit.



umfast zwei Zehnerpotenzen größer als die Öffnungen der bisher analysierten Bündel. Es mußte nunmehr entweder der Arbeitsbereich des Analysators dem Interferenzbündel oder die Breite der Bündel dem Arbeitsbereich des Analysators angepaßt werden.

Als der erste Weg, d. h. die stark astigmatisch arbeitende Langlochlinse des Analysators durch

eine reine Zylinderlinse zu ersetzen, nicht ohne ins einzelne gehende Entwicklungsarbeit gelang, wurde die Apertur des Interferenzstrahlbündels durch ein elektronenoptisches System auf die Arbeitsapertur des Analysators in folgender Weise abgestimmt:

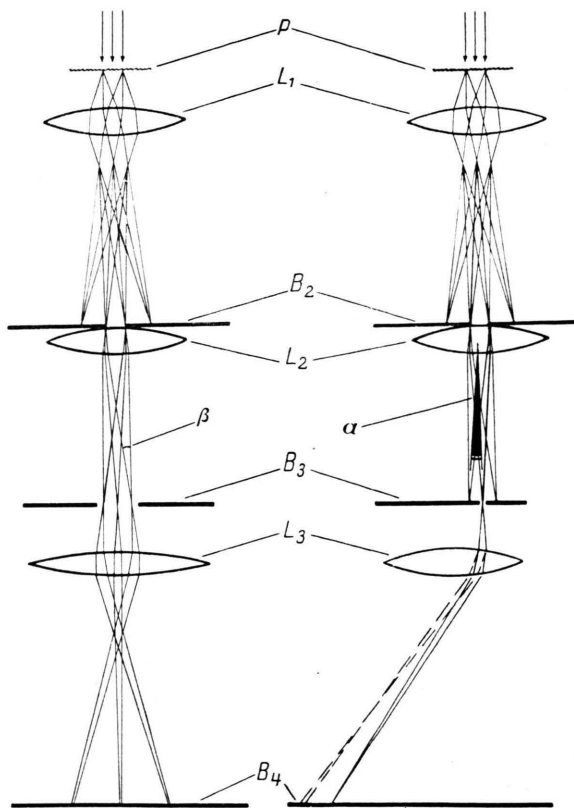


Abb. 5a und 5b. Strahlengang zur Geschwindigkeitsanalyse eines Elektronen-Interferenzdiagramms in Zwei-Tafel-Projektion. P Präparat; $L_1 \dots L_3$ Elektronenlinsen; $B_1 \dots B_4$ Blenden bzw. Schirme; α Doppelter Bragg-Winkel; β Öffnungswinkel.

Der zwischen Kathode und Anode beschleunigte Elektronenstrahl wird durch die Beleuchtungsaperturblinse B_1 so begrenzt, daß der das Präparat P durchsetzende Strahl als angenähert parallel angesehen werden kann. Die vom Objekt ausgehende Interferenzstrahlung wird von der kurzbrennweitigen Objektivlinse L_1 in der Abbildungsebene der Beleuchtungsquelle zum „primären Bild“ zusammengefaßt. Bei dem vorgegebenen Beleuchtungsstrahlengang liegt es in der Brennebene des Objektivs. Die Abstände der Interferenzmaximis vom Maximum nullter Ordnung betragen:

$$d_i = f \cdot \tan 2\vartheta_i,$$

worin f die Brennweite des Objektivs, ϑ_i die Glanzwinkel, i ganze Zahlen sind.

Unterhalb des primären Bildes laufen die Interferenzstrahlbündel mit starker Divergenz so weiter, daß die Hauptstrahlen sich bei achsensymmetrischer Justierung auf der Hauptachse in der Gaußschen Bildebene B_2 schneiden. Durch die Öffnung der Zwischenbildblende wird nun je ein enges Bündel aus den mit verschiedenen Winkeln einlaufenden Interferenzstrahlen ausgeblendet. Durch die Geometrie der Anordnung wird die Apertur der Interferenzkegel bestimmt.

Die Apertur der Interferenzstrahl„büschel“ beträgt nach der Ausblendung:

$$\operatorname{tg} \beta = w/2 (b - f)$$

gegenüber der im primären Bild vorhandenen von

$$\beta_0 = b_1/f,$$

w Durchmesser der Zwischenbildblende, b und f wie oben.

Man hat es somit durch die Wahl der Abbildungsbedingungen mit den Parametern f , g , b und w in der Hand, die Apertur a der Interferenzkegel (α) und b) der Strahlbüschel (β) unabhängig voneinander in weiten Grenzen zu variieren.

Unter die Zwischenbildblende B_2 wird nun eine zweite Linse L_2 so eingestellt, daß sie das primäre Bild im Verhältnis 1 : 1 auf der zweiten Zwischenbildebene B_3 abbildet. So entsteht hier das zweite Interferenzbild aus dem zur Gegenstandsseite kongruenten Strahlengang.

Wird in B_3 die in ihrer Funktion besprochene enge Schlitzblende aufgestellt, so kann mit dieser ein beliebig einstellbarer Streifen aus dem zweiten Interferenzbild ausgeschnitten werden.

Im Falle der Analyse eines Debye-Scherrer-Diagramms wird zweckmäßig ein radialer Ausschnitt gewählt, der alle Interferenzringe zweimal in einem sehr kleinen Segment und das zentrale Bündel umfaßt und diesen Streifen in den Analysator eintreten läßt. Der Interferenzbildausschnitt, der bei klein gewähltem f_1 in seinem Durchmesser nur wenige mm beträgt, soll in bezug auf die Analysatorlinse L_3 derart liegen, daß seine Längsseite parallel zur Längsachse der Mittelelektrode und wie in Abb. 5 seitlich gegen diese versetzt ist. Damit steht die Dispersionsrichtung des Analysators senkrecht zur Längsseite des Spaltes. Der Spalt, genauer der durch den Spalt tretende, aus Elektronen verschied-

ener Geschwindigkeit bestehende Teil des Interferenzdiagramms, wird nun bei richtiger Einstellung der Brechkraft der Analysatorlinse auf der Bildebene B_4 in verschiedenen örtlich nebeneinanderliegenden „chromatischen“ Abbildungen wiedergegeben. Die Anzahl der projizierten Spaltbilder ist gleich der im Elektronenstrom vorhandenen Gruppen homogener Geschwindigkeit. Bei kontinuierlicher Verteilung der Elektronen entsteht durch An- und Übereinanderlagerung der Bilder ein kontinuierliches Spektrum. Die Frage nach der Auflösungsgrenze wird im Anschluß an weiter oben gemachte Überlegungen in der Abb. 6 skizziert.

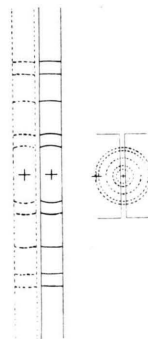
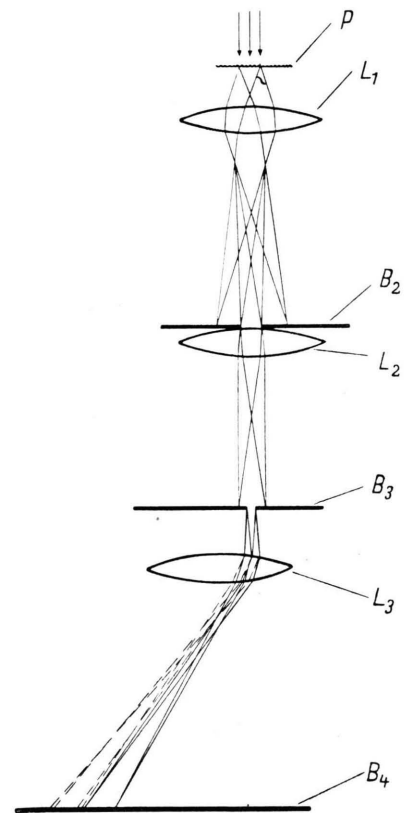


Abb. 6 (oben): Längsschnitt durch die Hauptachse der Anlage wie in Abb. 5 a. Abb. 6 (unten): Abbildung des Interferenzdiagramms in Bildebene B_3 (rechts). Durch den Spalt tretende Interferenzringabschnitte sind ausgezeichnet. Das Kreuz links vom Spalt bezeichnet den Durchstoßpunkt der Linsenachse der Analysatorlinse L_3 . Links vom Kreuz sind zwei noch getrennt erscheinende Bilder des ausgeblendeten Interferenzdiagramms zweier um einen diskreten Betrag voneinander abweichenden Elektronengeschwindigkeiten aufgezeichnet.

Die Auflösungsgrenze ist gegeben durch folgende Bedingung:

$$V \alpha_0 C_F \frac{\Delta U}{U} = \varrho \geq b' \quad (C_F = p f),$$

$$b' = \frac{b B_4 L_3}{B_3 L_3}.$$

Sie ist bestimmt durch die Bedingung, daß die chromatische Auslenkung des Interferenzdiagramm-ausschnitts mindestens von der Breite des Spaltbildes sein muß.

Bezogen auf die Voltgeschwindigkeit der Elektronen gilt:

$$\Delta U = b B_4 L_3 \cdot \frac{U}{V \alpha_0 C_F}.$$

Da die Brechkraft des Analysators als nicht rotationssymmetrischer Linse in der Richtung der Mittelelektroden-Längsachse geringer als in der dazu Senkrechten ist, ist die auf dem Bildschirm B_4 entworfene Abbildung astigmatisch. — Von einem Punkt in der Blende B_3 ausgehende und in Dispersionsrichtung verlaufende Strahlen werden auf dem Bildschirm B_4 wieder vereinigt, die in der Senkrechten zur Dispersionsrichtung verlaufenden werden erst unterhalb des Bildschirms B_4 zusammengeführt. Diese unvollkommene Abbildung ist für die Analyse des Interferenzbildes dann noch erträglich, wenn die Öffnungswinkel der Interferenzstrahlbündel in sich klein gehalten werden.

Es läßt sich aber durch Dejustieren der Zwischenlinse L_2 erreichen, daß der durch die Analysatorlinse verursachte Abbildungsfehler im Endbild kompensiert wird, und zwar dadurch, daß diese Linse durch Kippen gegen die optische Achse astigmatisch abbildend gemacht wird. Die Richtung der Kipp-Neigung muß so gewählt werden, daß die Brechkraft der Linse in der Senkrechten zur Dispersionsrichtung vergrößert wird. Hierdurch werden die normalerweise im zweiten Zwischenbild B_3 liegenden Konvergenzpunkte der abbildenden Strahlen in den Raum vor den Schirm B_3 verlegt. Damit fallen die unter normalen Bedingungen hinter dem Bildschirm B_4 konvergierenden Strahlen auf dem Schirm B_4 zusammen. Die in der Senkrechten verlaufenden Strahlen werden dadurch nicht beeinflusst. Die im Bildschirm B_4 zustande kommende Abbildung wird damit wieder stigmatisch. Vgl. Abb. 7a und 7b.

§ 3. Versuchsaufbau

Der in § 2 entwickelte Strahlengang wurde in folgendem Aufbau der Versuchsanordnung realisiert (vgl. Abb. 8):

Die Bauelemente der Elektronenstrahlquelle sowie der Objektschleuse waren einem kommerziellen Elektronenmikroskop der AEG-Zeiß Type EM 7 entnommen. Als Objektiv wurde eine kurzbrennweitige Linse, $f = 5$ mm, mit weiter Öffnung der unteren Erdelektrode — damit das ganze Interferenzfeld hindurchtreten konnte — gewählt. Das Zwischenrohr zwischen Objektiv und mit Leuchtsubstanz belegtem Zwischenbildschirm B_2 wurde nach Vorversuchen zur Einstellung der günstigsten Apertur der Braggreflexe auf 35 cm Länge bemessen. Um das erste Zwischenbild beobachten zu können, war das Rohr mit einem Fenster F_1 versehen. Die Blendenöffnung im ersten Zwischenbildschirm war für die allgemeinen spektrometrischen Messungen auf 0,1 mm Durchmesser eingestellt.

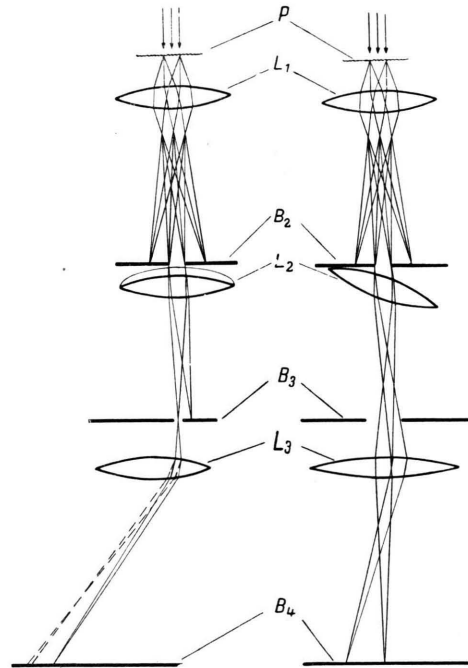


Abb. 7a und 7b. Stigmatisch korrigierter Strahlengang zur vollständigen Geschwindigkeitsanalyse. L_2 gegen optische Achse geneigte Linse.

Als „Projektiv“ (L_2) wurde eine Linse großer Brennweite (bei Zweipolschaltung) verwandt. Der Abstand Projektiv — Zwischenbildebene B_3 wurde mit einem 45 cm langen Zwischenstück gehalten, in das ein Durchblickfenster zur Beobachtung und Justierung des Interferenzbildes auf dem mit Leuchtstoff belegten Zwischenbildschirm B_3 eingelassen war. Der Zwischenbildschirm bestand im wesentlichen aus zwei Spaltbacken, die sich gegeneinander von außerhalb verstellen ließen, so daß die Spaltbreite in weiten Grenzen verändert werden konnte, und der Spalt außerdem so in gleicher Richtung verschiebbar war, daß er sich bei unveränderter Breite senkrecht zu seiner Längsseite bewegte. Der von Möllenstedt (l. c.⁹) beschriebene Analysator wurde unmittelbar unter die Zwischen-

bildblende B_3 so eingebaut, daß die Längsseite der Mittelelektrode parallel zu der Längsseite des Spaltes und wie in Abb. 3 gegen diesen seitlich versetzt lag. Unterhalb des Analysators befanden sich ein Zwischenstück Z_3 mit Einblicktubus und im Abstand von 40 cm von der Analysatorlinse der Leuchtschirm bzw. die Photoplatten auf einem 6-seitigen drehbar gelagerten Prisma. Die Hochspannung wurde durch einen Transformator mit Glühventilgleichrichter erzeugt und durch anschließende Siebketten weitgehend geglättet. Der Spannungswert wurde durch ein elektrostatisches Hochspannungsvoltmeter nach Starke-Schröder fortlaufend angezeigt. Die Kathode wurde aus einem Autoakkumulator geheizt, der Heizstrom konnte durch zwei nebeneinander geschaltete Drehwiderstände stufenlos und empfindlich geregelt werden. Die Spannung des Wehnelt-Zylinders wurde einer Potentiometerschaltung eines Satzes von Anodenbatterien (bis 500 V) und einem Drehwiderstand von $1\text{ M}\Omega$ entnommen. Ein auf der Hochspannungsseite eingebautes Drehspiegelgalvanometer zeigte laufend den Emissionsstrom an. Die Brechkraft der Projektivlinse und des Analysators ließ sich durch Einstellen verschiedener Spannungen mit Hilfe eines Potentiometers, das zwischen Kathoden- und Erdpotential geschaltet war, einregeln.

Zur Aufnahme der Streubilder sind Photoplatten von Perutz (Peruprint) verwandt worden. Die Belichtung der Platten erfolgte dadurch, daß der Strom in einer eisenfreien Doppelspule, deren magnetisches Feld den Elektronenstrahl vor und nach der Exposition der Photoplatte zwischen Bildebene B_3 und Analysator in eine seitliche Falle ablenkte, mit Hilfe eines an ein Uhrwerk angeschlossenen Kontaktgebers in gewissen wählbaren Intervallen ausgeschaltet wurde.

§ 4. Versuchsablauf

Nachdem die Beschleunigungsspannung auf eine gewählte Höhe festgelegt war, wurde der Emissionsstrom durch Einstellen der Wehnelt-Spannung und Regelung des Kathodenheizstromes auf einen konstanten Wert eingespült. Für die Justierungsarbeit wurde eine beliebige streuende Folie in den Strahlengang gebracht, die erst zu den eigentlichen Aufnahmen gegen das zu untersuchende Präparat durch die Vakuumschleuse ausgetauscht wurde. Diese Maßnahme sollte verhindern, daß sich während der länger dauernden Einjustierung eine streuende Fremdschicht auf der Probe niederschlug. Zunächst wurde das Beugungsbild auf dem Zwischenbildschirm B_3 durch Veränderung der Brechkraft der Projektivlinse scharf eingestellt. Die nullte Ordnung der Interferenzbündel fiel dann bei sorgfältiger Zentrierung der Linsen und Blenden auf den Spalt der Zwischenbildblende B_3 , der zunächst weit geöffnet war, um das Elektronenstrahl-

bündel bei der Einstellung des Analysators weiter verfolgen zu können. Bei geerdetem und unverschobenem Analysator, d. h. wenn der Hauptstrahl durch die Analysatorlinsenachse lief, erschien ein symmetrischer Ausschnitt des Interferenzbildes auf dem Leuchtschirm der Bildebene B_4 . Vgl. Abb. 9.

Wurde nunmehr die Mittelelektrode der Analysatorlinse langsam auf Spannung geschaltet, so änderten sich, abgesehen von einer Bildverzerrung, die Abbildungsmaßstäbe. Vgl. Abb. 10.

Die Gesamtabbildung blieb verhältnismäßig scharf, jedoch ließ sich eine charakteristische astigmatische Unsymmetrie in der Abbildungsgüte erkennen. Wurde die Analysatorlinse quer zu ihrer Längsachse gegen das Elektronenstrahlbündel verschoben, trat eine Verwischung des Interferenzbündels auf, so als ob alle mit starker Intensität belegten Punkte des Interferenzbildes (diese fallen dem Auge stark auf) einen in Dispersionsrichtung liegenden Schweif trügen.

Die Scharfeinstellung ging hierbei etwas zurück. Sie wurde durch Nachjustieren der Brechkraft der Projektivlinse wieder eingestellt. Wenn die Spaltblende vor dem Analysator schließlich zugezogen wurde, erschien ein schmaler Streifen des Interferenzbündels scharf ausgeschnitten. Die scharfe, punktförmige Abbildung der nullten Interferenzordnung gab dabei ein Maß, für den Ausgleich der astigmatischen Wirkung des Analysators. Um die Auflösung gemäß der Überlegung auf Seite 733 jetzt zu dem geforderten Wert von $U/\Delta U = 50000/1$ zu steigern, wurde der Analysatorspalt auf eine Breite bis zu 2μ zugezogen. Das Interferenzbild erschien daraufhin in einem schmalen, verhältnismäßig scharf gezeichneten Ausschnitt. Auf der einen Breitseite dieses Streifens hob sich das in seiner Intensität abgestufte charakteristische Spektrum des Interferenzdiagramms ab. Vgl. Abb. 14.

Das Verzögerungsdiagramm ist durch eine typische Intensitätsverteilung ausgezeichnet, die in Abb. 14 jedoch nicht in allen Details wiedergegeben wird — wie die diskrete Geschwindigkeitsstreuung im zentralen Bündel durch Überbelichtung in diesem Plattenbereich. Das Verzögerungsdiagramm soll in dessen im zweiten Teil dieser Arbeit durch eine Auswahl von Beispielen ausgewertet werden.

Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt, der mich zu dieser Arbeit angeregt und sie in jeder Hinsicht gefördert hat, möchte ich meinen besonderen Dank aussprechen. Herrn Prof. Dr. W. Kossel danke ich für sein freundliches Interesse an der Arbeit.