

die für die Indiumsonde ($R = 1,5$ cm) gemessenen Werte sein. Die Meßwerte liegen jedoch um etwa 30% niedriger und werden durch Gl. (4) am besten wiedergegeben, wenn man dort $\mu_0 \delta = 0,075$ setzt. Dem entspricht als Absorptionskoeffizient des Dy_2O_3 bei $\nu = 2200$ m/sec

$$\mu = 2,61 \pm 0,25 \text{ cm}^2/\text{g}$$

und als Absorptionsquerschnitt des Dy bei $\nu = 2200$ m/sec

$$\sigma_a = 785 \pm 75 \text{ barn}.$$

Wahrscheinlich war das verwendete Dy_2O_3 durch weniger absorbierende Substanzen verunreinigt.

Mit diesem $\mu_0 \delta = 0,075$ wurde in Abb. 2 und 3 die Dichtestörung der Dy_2O_3 -Sonde nach Gl. (2), (3) und (4) berechnet. Die Übereinstimmung mit den Meßwerten ist, wie beim Fall der In-Sonde, recht gut.

Herrn Prof. WIRTZ danke ich für die Anregung zu dieser Arbeit sowie für wertvolle Hinweise.

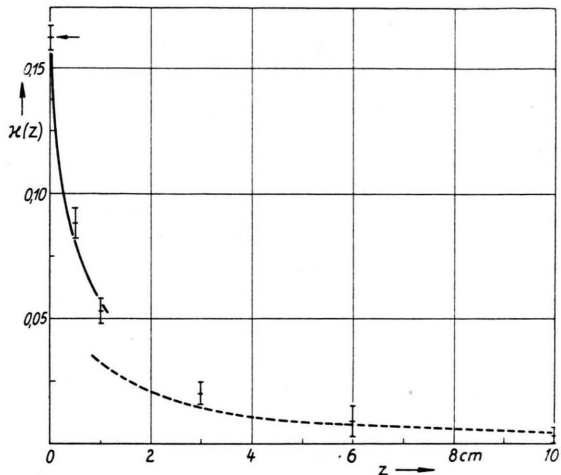


Abb. 3. Dichtestörung $\kappa(z)$ auf der Sondenachse [Dy_2O_3 -Sonde, $\delta \approx 0,03 \text{ g/cm}^2$, $R = 1,5$ cm]. \pm Meßwerte; — — — berechnet nach Gl. (2) ($z \geq \lambda_s$) → — berechnet nach Gl. (3) ($z \leq \lambda_s$) mit $\mu_0 \delta = 0,075$.

Eine Elektroneninterferenzapparatur für Feinstrukturuntersuchungen

Von HORST EHLERS

Aus dem Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg
(Z. Naturforsch. 11 a, 359—367 [1956]; eingegangen am 2. Februar 1956)

Es wird eine Feinstrahlapparatur zur Beobachtung von Elektroneninterferenzen beschrieben, bei der zur Erzielung hoher Auflösung mittels zweier elektromagnetischer Linsen der Strahlquerschnitt am Ort der Photoplate sehr stark reduziert wird. Theoretische Betrachtungen und experimentelle Untersuchungen zeigen, daß die Größe des Durchmessers des vom Elektronenstrahl auf der Photoplate ohne Objektdurchstrahlung aufgezeichneten Bildpunktes einen durch die Eigenschaften der photographischen Schicht bestimmten Wert von einigen μ nicht unterschreitet. Mit Objekt ist im allgemeinen bei der beschriebenen Apparatur für die Größe des Durchmessers der Interferenzpunkte die Kristallitgröße des Objektes maßgebend.

Bei Elektroneninterferenzen beträgt der Winkelabstand benachbarter Hauptmaxima, der durch die Periodizität der Atomanordnung im Kristall bestimmt ist, größenordnungsmäßig λ/d . Für eine Wellenlänge der Elektronen von $\lambda = 5 \cdot 10^{-10}$ cm und eine mittlere Gitterkonstante von $d = 5 \text{ \AA}$ ergibt sich beispielsweise $\lambda/d = 10^{-2}$. Die Trennung solcher Interferenzen gelingt mit einfachsten Apparaturen, z. B. durch Ausblenden eines Elektronenstrahles mit einem Strahldurchmesser von 1 mm auf einer Photoplate, die 30 cm vom durchstrahlten Objekt entfernt ist.

Es gibt jedoch Erscheinungen, die Interferenzmaxima erzeugen, welche zum Teil wesentlich kleinere Abstände voneinander haben (Größenordnung 10^{-4} und weniger), also zu einer Feinstruktur der Reflexe führen. Genannt sei zum Beispiel die Interferenzdoppelbrechung, das ist die Aufspaltung derjenigen Teile des Elektronenstrahles, die durch keilförmig begrenzte Kristallite hindurchgehen, einschließlich des gewöhnlichen Brechungseffektes¹.

Ferner sei auf den Einfluß der endlichen Kristallitgröße hingewiesen, der die Nebenmaxima bewirkt². Sehr kleine Abstände besitzen unter Umständen

¹ J. HILLIER u. R. F. BAKER, Phys. Rev. **68**, 98 [1945]. — L. STURKEY u. L. K. FREVEL, Phys. Rev. **68**, 56 [1945], sowie neuere Arbeiten: K. ARTMANN, Z. Phys. **133**, 576 [1952]. — K. MOLIÈRE u. H. NIEHRS, Z. Phys. **137**, 445 [1954]. —

H. J. ALTENHEIN u. K. MOLIÈRE, Z. Phys. **139**, 103 [1954]. — G. HONJO u. K. MIHAMA, J. Phys. Soc. Japan **9**, 184 [1954].
² A. L. G. REES u. J. A. SPINK, Acta Cryst. **3**, 316 [1950]. — R. UYEDA, T. ICHINOKAWA u. Y. FUKANO, Acta Cryst. **7**, 216 [1954].



Reflexe, die von Netzebenenscharen herrühren, deren Netzebenenabstände sich sehr wenig unterscheiden. Die Auflösung solcher „Feinstrukturen“ stellt an die Interferenzapparatur besondere Anforderungen.

In der vorliegenden Arbeit werden diese Anforderungen theoretisch und experimentell näher untersucht. Dies geschieht an Hand einer elektronenoptischen Anordnung mit zwei magnetischen Linsen, mit der gegenüber bisher bekannten Apparaturen ähnlicher Art³ eine wesentliche Leistungssteigerung erreicht wird.

In einer weiteren Arbeit wird über einige Beobachtungen von Feinstrukturen berichtet werden, die mit der beschriebenen Apparatur angestellt wurden.

A. Strahlengang und Bedingung für hohe Auflösung

Ein Maß für die Auflösbarkeit von Interferenzen gibt uns die Winkelbreite $\delta\vartheta$ der Hauptmaxima. Ihre Berechnung für den Strahlengang in der Apparatur liefert die Bedingungen für hohe Auflösung.

Bei der aus Strahlungsquelle, Linse, Objekt und Photoplate bestehenden Beugungsanordnung, bei der die Linse die Strahlungsquelle (Radius r_g) auf die Photoplate abbildet und das Objekt möglichst dicht hinter der Linse steht, kann man näherungsweise ansetzen

$$\delta\vartheta = \lambda/L_K + 2(r_b + \Delta r)/R. \quad (1)$$

Das erste Glied mit λ als Wellenlänge der Elektronenstrahlung und L_K als mittlerer Kristallitausdehnung senkrecht zur Strahlrichtung ist die mittlere Breite des Beugungsmaximums bei paralleler Strahlung und Beobachtung im Unendlichen, während das zweite Glied, in dem R den Abstand vom Objekt zur Photoplate, r_b den Radius des (fehlerfreien) Abbildes der Strahlungsquelle auf der Photoplate darstellt, näherungsweise die in der Praxis vorhandenen Abweichungen von dem Fall parallelen Strahlenganges in Rechnung stellt (siehe Anhang und Abb. 7). Die zusätzliche Größe Δr umfaßt die Fehler bei der Abbildung, also z. B. die Linsenfehler.

Hohe Auflösung wird durch weitestgehende Verkleinerung der Winkelbreite $\delta\vartheta$ erhalten, d. h. nach Gl. (1) durch die Verwendung möglichst großer

Kristallite (kleines λ/L_K !), und die Erfüllung der Beziehung

$$2(r_b + \Delta r)/R \ll \lambda/L_K \quad (2)$$

durch geeignete Wahl der elektronenoptischen Anordnung.

Zur Veranschaulichung der Forderung (2) setzen wir

$\lambda = 5 \cdot 10^{-10}$ cm, $L_K = 1000 \text{ \AA} = 10^{-5}$ cm, $R = 30$ cm und erhalten

$$2(r_b + \Delta r) \ll 15 \mu.$$

Die üblichen Kathoden liefern einen engsten Strahlquerschnitt, im folgenden kurz „Brennfleck“ genannt, in der Literatur auch „Kreuzungspunkt“ oder „cross over“ (der unserem r_g entspricht), von etwa 100μ Durchmesser.

Ist V die Vergrößerung der Linse, so fordert die Bedingung (2) im Falle unseres Beispiels $r_b = Vr_g \ll 15 \mu$, also $V \ll 15/100 = 0,15$. Da die Bildweite der Linse zwecks guter Trennung der Interferenzen nicht weniger als $30 - 50$ cm beträgt, müßte der Abstand des Brennflecks von der Linse einige Meter betragen. Statt den Strahlengang in dieser Weise zu realisieren, geht man besser so vor, daß man als Strahlungsquelle das mit einer weiteren Linse stark verkleinerte (z. B. $1:100$) Abbild des Brennflecks verwendet, siehe auch³, und die oben erwähnte Vergrößerung $V \approx 1$ macht. Der Strahlengang ist in Abb. 1 skizziert.

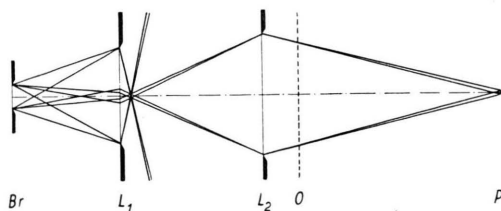


Abb. 1. Strahlengang einer Interferenzapparatur für Feinstrukturuntersuchungen: Br = Brennfleck, L_1 , L_2 = Linsen, O = Objekt, Pl = Photoplate.

Eine Verkleinerung von r_g und damit von r_b – allerdings nur um eine Größenordnung – läßt sich ohne wesentlichen Intensitätsunterschied statt mit einer Linse auch durch Anbringen einer Blende (z. B. von $10 \mu \phi$) am Orte des Brennflecks erreichen. Doch bereitet das Arbeiten mit sehr kleinen Blenden einige Schwierigkeit (Verschmutzungen, Aufladungen).

Diesem Verfahren ist durch Abbildungsfehler (z. B. der Linsen) eine Grenze gesetzt, indem die

³ J. HILLIER u. R. F. BAKER, J. Appl. Phys. **17**, 12 [1946]. — J. M. COWLEY u. A. L. G. REES, J. Sci. Instrum. **30**, 33 [1953].

Brennfleckbildgröße in der Beobachtungsebene die durch Δr charakterisierte Fehlerscheibchengröße der optischen Anordnung nicht unterschreiten kann. Um übersehen zu können, wo diese Grenze liegt, wird im folgenden die theoretisch bestimmte Größe der in Frage kommenden Fehlerscheibchen zusammengestellt.

B. Die in der Beobachtungsebene der Interferenzapparatur auftretenden Fehlerscheibchen

Das Fehlerscheibchen Δr setzt sich aus Anteilen zusammen, die von den beiden Linsen und einigen anderen Quellen herrühren. Die folgenden Angaben über die Linsenfehlergrößen, die sich auf Berechnungen von GLASER⁴ stützen, gelten speziell nur für magnetische Linsen, die allein zum Betrieb der Apparatur verwendet werden.

1. Die Linsenfehler der Linse L_1

Von den Fehlern dieser Linse kommen wegen der Beschränkung der Abbildung auf achsennahe Punkte nur Öffnungsfehler und Farbfehler in Betracht (u. U. axialer Astigmatismus). Nach GLASER⁵ gilt bei Zugrundelegung des „Glockenfeldes“

$$B_z(z) = B_0 [1 + (z/d)^2]^{-1},$$

das die Axialkomponente der Feldverteilung auf der Achse der Linse bei Polschuhsättigung in guter Näherung beschreibt (d : Halbwertsbreite des Linsenmagnetfeldes), im Fall starker Verkleinerung für den Öffnungsfehler

$$\Delta r_0 = C_0 \cdot \gamma_0^3 = 0,3 d \cdot \gamma_0^3,$$

für den Farbfehler

$$\Delta r_f = C_F \left(\frac{\Delta U}{U} - 2 \frac{\Delta J}{J} \right) \gamma_0 \approx 0,6 d \left(\frac{\Delta U}{U} - 2 \frac{\Delta J}{J} \right) \gamma_0.$$

Hierin ist γ_0 die Strahlapertur im (verkleinerten) Brennfleck-Bildpunkt, U die Beschleunigungsspannung der Elektronen, J die Linsenstromstärke, C_0 und C_F sind Konstante.

Dabei wurde $C_0/d \approx 0,3$ ^{6a}, $C_F/d \approx 0,6$ ^{6b} gesetzt. Um hieraus die entsprechenden in der Beobachtungsebene vorhandenen Werte zu erhalten, ist noch der Vergrößerungsfaktor der zweiten Linse (V) anzubringen.

2. Die Linsenfehler der Linse L_2

Die folgenden Angaben gelten unter Voraussetzung der Bedingungen für „kurze“ und „schwache“ Linsen, welche die Linse L_2 erfüllt.

Dabei wird eine Linse als „schwach“ bezeichnet, wenn

$$e B_0^2 d^2 / 8 m U = k^2 \ll 1,$$

wobei e/m die spezifische Ladung des Elektrons ist. Sie heißt „kurz“, wenn die Halbwertsbreite d des Linsenmagnetfeldes klein gegenüber der Gegenstands- und Bildweite ist.

Der Öffnungsfehler

Man erhält mit R_B als Radius der in der Linse befindlichen Blende

$$\Delta r_0 = \frac{1}{d^2} \cdot \frac{\ln 2}{2} (1 + V) R_B^3 \approx \frac{1 + V}{3} \cdot \frac{R_B^3}{d^2} \approx \frac{R_B^3}{d^2}, \quad (3)$$

wenn man in der von GLASER für die „kurze Linse“ angegebenen Formel^{6c}

$$\Delta r_0 = \frac{e z_b}{16 m U} \int_{-\infty}^{+\infty} \left(\frac{e}{3 m U} B_z^4 + B_z'^2 \right) dz$$

(z_b ist hierin die Bildweite) den ersten Summanden unter dem Integral vernachlässigt, wie es bei „schwachen“ Linsen zulässig ist, und für die Darstellung des Verlaufs der Axialkomponente der magnetischen Feldstärke auf der Achse die Formel

$$B_z(z) = B_0 \exp\{- (z/a)^2\}$$

benutzt, wo

$$d = a \sqrt{\ln 2}.$$

Die übrigen Bildfehler 3. Ordnung kommen wegen der Beschränkung der Abbildung auf achsennahe Punkte in unserem Fall nicht in Betracht; sie erlangen nur dann Bedeutung, wenn sich die Linse zwischen Objekt und Beobachtungsebene befindet, was hier ausgeschlossen wird.

Der Farbfehler

$$\text{Es ist } \Delta r_f = \left(\frac{\Delta U}{U} - 2 \frac{\Delta J}{J} \right) \cdot R_B (1 + V), \quad (4)$$

denn nach den Gesetzen der geometrischen Optik ergibt sich bei einer Brennweitenänderung um Δf ein Fehlerscheibchen-Radius von der Größe

$$\Delta r_f = \Delta f / f \cdot R_B (1 + V).$$

⁴ W. GLASER, Grundlagen der Elektronenoptik, Springer-Verlag, Wien 1952.

⁵ W. GLASER, l. c. ⁴, S. 375 bzw. 262.

⁶ a) Siehe ⁵, Abb. S. 377. — b) Abb. S. 266. — c) S. 424.

Die Brennweite f ist bei „kurzen“ und „schwachen“ Linsen mit der Elektronenbeschleunigungsspannung U und dem Linsenfeldstrom J erfahrungsgemäß durch die Beziehung $f = c \cdot U/J^2$ mit c als Linsenkonstante verknüpft; daher beträgt die Brennweitenänderung in diesem Fall bei Schwankungen von U und J

$$\Delta f/f = (\Delta U/U - 2 \Delta J/J).$$

Der axiale Astigmatismus

Die Größe dieses Linsenfehlers, der auf den Abweichungen der Feldverteilung von der axialen Symmetrie durch Unsymmetrien in Polschuhform und -material, Verunreinigungen an Blenden usw. beruht, muß im Einzelfall untersucht werden. Zu seiner Vermeidung sind erfahrungsgemäß und nach Rechnungen für Spezialfälle⁴ an die Symmetrieeigenschaften der Linsen außerordentlich hohe Anforderungen zu stellen.

3. Sonstige Fehlerscheibchen

Der Fehler durch die Krümmung des Interferenzbildfeldes

Bei der erwähnten optischen Anordnung ist das Interferenzbild „scharf“ auf einer Kugel mit dem Radius R um den Objekttort. Die Registrierung der Interferenzen auf der ebenen Photoplate bedingt eine Unschärfe, die sich nach geometrisch-optischen Gesetzen (Abb. 2) zu

$$\Delta r_z = \Delta z_b/z_b \cdot R_B = \frac{1}{2} \vartheta^2 \cdot R_B \quad (5)$$

ergibt (z_b = Bildweite). Dieser Fehler wächst demnach quadratisch mit dem Beugungswinkel ϑ .

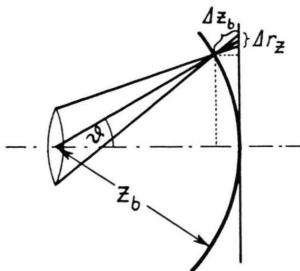


Abb. 2. Zur Erläuterung des Fehlers, der durch die Krümmung des Interferenzbildes entsteht.

Der chromatische Fehler der Interferenzen

Dieser Fehler beruht auf der Abhängigkeit der Lage der Interferenzen des Objektes von der Wellen-

länge der interferierenden Elektronen. Er besitzt die Größe

$$|\Delta \vartheta| = \frac{1}{2} \vartheta \Delta U/U \text{ oder auch } \Delta r_\vartheta = \frac{1}{2} \vartheta R \Delta U/U, \quad (6)$$

die sich aus der BRAGGSchen Gleichung

$$2d \sin \vartheta/2 = n\lambda$$

und der (unrelativistischen) Beziehung zwischen λ und U : $\lambda = \sqrt{150/U}$ (U in Volt, λ in Å gemessen) ergibt. Dabei wurde $R \approx z_b$ gesetzt. Das Fehler-scheibchen ist, genau genommen, ein Strich der angegebenen Länge in radialer Richtung.

Dieser Fehler ist also insbesondere von der Beugungsrichtung abhängig und wächst mit zunehmender Beugungsordnung.

Die Ursache der Schwankungen von λ bzw. U beruht a) auf den Schwankungen der Beschleunigungsspannung, b) auf den Energieverlusten der Elektronen auf dem Weg durch das Objekt. Diese Verluste nehmen im wesentlichen diskrete Werte an und liegen in der Größenordnung von 10 Volt. Elektronen, die solche Energien verloren haben, können noch Interferenzen liefern, deren Ort – wegen der geänderten Wellenlänge – vom „normalen“ etwas abweicht. Nähere experimentelle Angaben hierzu im Abschnitt D.

Der Einfluß der photographischen Emulsion

Zum Registrieren der Interferenzen werden photographische Platten benutzt. Deren Einfluß auf das Interferenzbild können wir dadurch berücksichtigen, daß wir jedem Bildpunkt ein Schwärzungsscheibchen Δr_s zuordnen, dessen Größe von der Emulsion selbst, also von ihrer Empfindlichkeit, Gradation, Korngröße usw., vom Entwicklungsprozeß und von der auftretenden Elektronenmenge abhängt, über die sich aber keine allgemeinen quantitativen Aussagen machen lassen. Nach anderweitigen Messungen beträgt die Auflösungsgrenze der besten Photoplaten einige μ .

Bei der anschließenden Beschreibung einer hochauflösenden Interferenzapparatur werden die zusammengestellten Formeln durch Zahlenangaben ergänzt.

C. Beschreibung der Interferenzapparatur

Der Strahlengang ist in der Abb. 1 angegeben. Die wichtigsten Einzelteile der Apparatur, wie Kathode, Justiereinrichtung, Linsen, Objektkammer und Platten-schleuse, wurden einzeln gefertigt und können entweder direkt oder über Zwischenrohre mittels Gummi-

dichtungen und Überwurfringen zum vollständigen Interferenzrohr zusammengesetzt werden. Dieser Aufbau ermöglicht es, die Teile ganz nach Wunsch in der einen oder anderen Weise nach Art einer optischen Bank anzuordnen oder einen Teil, wie z. B. die Objektkammer, gegen einen anderen auszutauschen. Dadurch erhält das Gerät universellen Charakter.

Das Interferenzrohr ruht waagerecht auf einem erschütterungsunempfindlichen Stativ, wobei jedes der Hauptteile selbständig abgestützt wird. Diese Anordnung scheint uns für ein solches Experimentiergerät in vieler Hinsicht vorteilhaft zu sein. Die Einzelteile bestehen durchweg aus Eisen, das sich zugleich zur Abschirmung störender Magnetfelder eignet. Die Wandstärke beträgt daher durchweg 10 mm. Über den sonstigen Aufbau gibt Abb. 3 Auskunft.

Elektronenquelle

Als Elektronenquelle fungiert eine „Fernfokuskathode“ nach STEIGERWALD⁷ mit den Eigenschaften eines Beleuchtungssystems mit Kondensor. Die Intensität dieses Beleuchtungssystems läßt sich in weiten Grenzen regeln; die Elektronen werden auf eine Blende passender Größe fokussiert (Brennfleck).

Justiervorrichtung

Eine Justiervorrichtung gestattet sowohl eine seitliche Parallelverschiebung als auch ein Schwenken der Kathode gegenüber der ersten Linse, so daß sowohl der Brennfleck als auch die Heizfadenspitze genau in die optische Achse der ersten Linse gelegt werden können, und zwar unabhängig voneinander. Dies ermöglicht ein Aufbau mit zwei passend zueinander stehenden Kugelschalen mit geeigneten Krümmungsradien nach RÜHLE⁸.

Auch die am Orte des Brennflecks befindliche und von den Linsen abgebildete Blende läßt sich senkrecht zur Strahlrichtung verschieben und auf diese Weise genau zentrieren.

Linse L_1

Die erste Linse, eine „starke“ 2-stufige magnetische Elektronenmikroskop-Objektivlinse (Firma Siemens) bildet die Brennfleckblende verkleinert ab. Sie ermöglicht Abbildungsverhältnisse bis zu Werten der Größenordnung 1 : 100.

Ein Vergleich der Linsenfehler in Abschnitt B zeigt, daß die Fehler der „starken“ Linse etwas geringer sind als die der „kurzen“ und „schwachen“. Aus diesem Grunde können wir auf zahlenmäßige Angaben in den nächsten Absätzen verweisen.

Linse L_2

Die zweite Linse soll das verkleinerte Brennfleckbild auf die Photoplate (bzw. auf einen Leuchtschirm), möglichst ohne weitere Größenänderung, abbilden. Um dabei die Beziehung (2) für große Kristallite zu erfüllen, ist die Größe $(r_b + \Delta r)/R$ so klein wie möglich zu halten. Dabei läßt sich stets $r_b \ll \Delta r$ machen, so daß wir ein möglichst kleines $\Delta r/R$ erstreben.

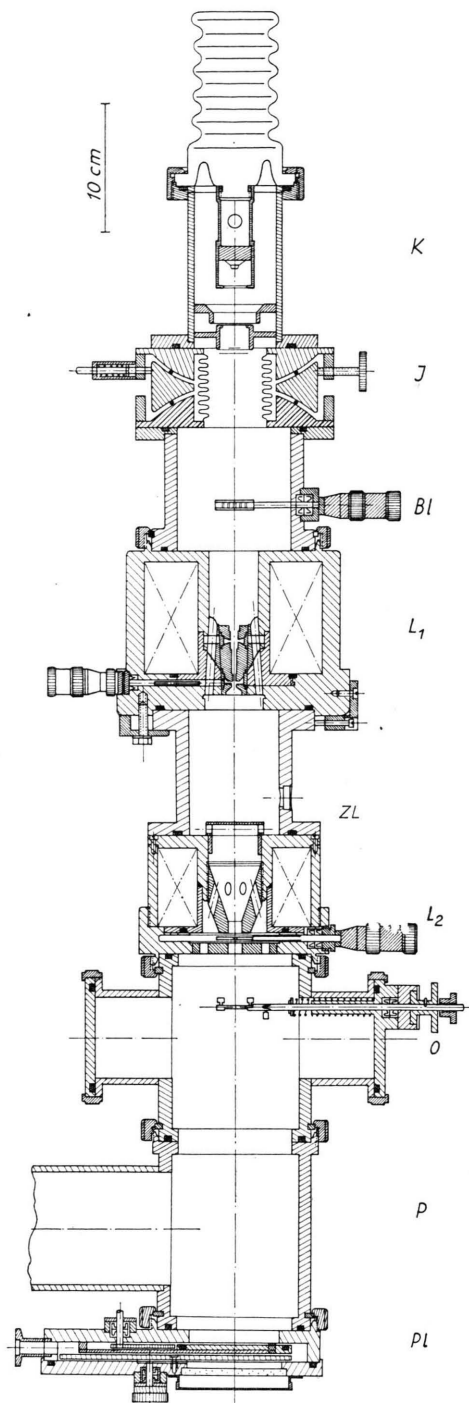


Abb. 3. Schematische Zeichnung der Apparatur.
K Kathode, J Justierstück, BI Brennfleckblende, L_1 1. Linse, ZL Zwischenbildleuchtschirm, L_2 2. Linse, O Objektraum, P Anschluß der Pumpanlage, Pl Plattenschleuse.

⁷ K. H. STEIGERWALD, *Optik* 5, 469 [1949].

⁸ R. RÜHLE, *Optik* 5, 463 [1949].

Das günstigste Format der Photoplaten wählen wir zu $6 \times 6 \text{ cm}^2$. Dann werden bei einem Abstand zwischen der Photoplatte und dem Objekt von $R=25$ bis 30 cm alle wesentlich interessierenden Interferenzen registriert.

Das Objekt befindet sich zwischen Linse L_2 und der Photoplatte und nicht vor der Linse L_2 , damit durch die Fehler der Linse die Lage der Interferenzen zueinander nicht mehr als notwendig beeinflusst wird. Bei der beschriebenen Apparatur beträgt der Abstand Linse L_2 – Photoplatte $z_b=33 \text{ cm}$.

Wir lassen eine schwache Vergrößerung der Linse L_2 zu; es ergibt sich für $V=1,65$ die Brennweite $f=12,5 \text{ cm}$.

Zur Erzielung hinreichend kleiner Fehlerscheibchen (Δr) und damit eines kleinen Öffnungsfehlers wird die Halbwertsbreite d wegen (3) nicht zu klein gewählt (in unserem Fall $d=0,5 \text{ cm}$). Im Linsenfeld ist ein verschiebbarer Aperturbblendenträger mit Blenden verschiedener Öffnung (Radius R_B), die sich jeweils genau zentrieren lassen, angebracht.

Mit den angegebenen Daten, einem R_B von 50μ und einem ϑ von 10^{-1} erhält man die zahlenmäßigen Werte folgender Fehlerscheibchen:

nach (3): $\Delta r_0 \approx 5 \cdot 10^{-3} \mu$,

nach (5): $\Delta r_z \approx 2,5 \cdot 10^{-1} \mu$.

Die AMPERE-Windungszahl errechnet sich aus der Gleichung

$$1/f = e/8mU \cdot \int_{-\infty}^{+\infty} B_z^2(z) dz$$

mit Berücksichtigung der Beziehungen

$$B_0 d = \sqrt{\ln 2/\pi} \cdot \mu_0 \cdot J \quad (\text{s. } ^9)$$

und

$$B_z(z) = B_0 \exp\left\{-\left(z/a\right)^2\right\}$$

zu

$$J \approx \frac{1}{\mu_0} \sqrt{\frac{2\pi}{\ln 2}} \cdot \sqrt{\frac{8mU}{e}} \cdot \frac{d}{f}.$$

Zur elektrischen Speisung der Linse wird eine Akkubatterie verwendet. Rechnet man mit einer Stromkonstanz von $\Delta J/J=10^{-4}$, so erhält man

$$2 \Delta J/J \cdot R_B(1+V) = 3 \cdot 10^{-2} \mu. \quad (7)$$

Ein durch ein Einblickfenster beobachtbarer Leuchtschirm zwischen L_1 und L_2 erleichtert das Justieren der beiden Linsen zueinander.

Objektkammer

Die Objektkammer enthält Vorrichtungen, mit deren Hilfe Objekte sowohl für Durchstrahlung als auch für Reflexion in jede gewünschte Lage gebracht werden können. Hierzu gehören Einrichtungen zum Erwärmen der Präparate, Aufdampföfen usw. Von einer näheren Beschreibung soll hier abgesehen werden.

$$^9 \mu_0 J = \int_{-\infty}^{+\infty} B_z(z) dz = B_0 a \sqrt{\pi} = B_0 d \sqrt{\pi/\ln 2}.$$

Plattenschleuse

Zum Beobachten der Interferenzen dient ein Leuchtschirm, zum genauen Auswerten photographische Platten. Es wurde für dieses Gerät eine Plattenschleuse konstruiert, deren Vorzüge in einfacher Herstellungsmöglichkeit, kleinem Volumen, Minimalzahl von Durchführungen und sicherem Funktionieren liegen.

Sie hat Platz für 3 Platten im Format $6 \times 6 \text{ cm}^2$ und einen gleich großen Leuchtschirm, die sämtlich in einer Ebene auf einem drehbaren Teller liegen. Jede Photoplatte kann also genau an den Ort des Leuchtschirmbildes gebracht werden, das somit unverändert registriert wird. Das Schließen und Öffnen des Schleusensors erfolgt mit einem einzigen Hebel unter Mitwirkung von Federn.

Evakuierungsanlage

Das Hochvakuum wird über ein Tombakwellrohr mit einer Öldiffusionspumpe OT 100 (Firma Leybold) erzeugt, an die vorvakuumseitig über eine Kühlfalle eine Quecksilberdiffusionspumpe Hg 12 angeschlossen ist. Letztere arbeitet auf einem Vorvakuumbehälter. Das beschriebene Pumpsystem erreicht in der Apparatur ein Endvakuum von etwa $3 \cdot 10^{-6}$ Torr (Partialdruck des Pumpenbetriebsöles), gemessen mit einem Manometer nach PENNING.

Hochspannungsanlage

Die Hochspannung zur Beschleunigung der Elektronen wird durch ein nach unseren Angaben von der Firma Seifert & Co. angefertigtes Netzgerät mit Einweggleichrichterschaltung erzeugt. Auf den Ladekondensator von $0,1 \mu\text{F}$, der über einen Widerstand $R_i=100 \text{ k}\Omega$ geladen wird, folgt eine aus 2 RC-Gliedern bestehende Siebkette mit $R_s=300 \text{ k}\Omega$, $C_s=0,1 \mu\text{F}$. Die Spannung kann primärseitig kontinuierlich bis zu maximal 80 kV geregelt werden. Bei der Bemessung des Hochspannungserzeugers müssen die in Abschnitt B beschriebenen Verhältnisse bezüglich der zulässigen Spannungsschwankungen beachtet werden.

Für die Welligkeit am Ladekondensator U_L berechnet sich bei Annahme sinusförmigen Netzspannungsverlaufes¹⁰

$$\Delta U_L/U_L = (\alpha - \pi)/\omega C_L \cdot R_a,$$

wo U_L die Gleichspannung am Ladekondensator, R_a äußerer Widerstand und $\tan \alpha - \alpha = \pi(R_i/R_a)$ ist. Für $R_i=100 \text{ k}\Omega$ und $R_a=5 \cdot 10^4 \text{ V}/10^{-4} \text{ A}=5 \cdot 10^8 \Omega$

ist $\alpha = 1,2 \cdot 10^{-1} \ll \pi$

und somit $\Delta U_L/U_L = \pi/\omega C_L \cdot R_a$.

Am Ende der Siebkette herrscht

$$\Delta U/U = \Delta U_L/U_L(1/R_s \cdot C_s \cdot \omega)^2,$$

also ergibt sich für $R_a=5 \cdot 10^8 \Omega$

$$\Delta U/U = 2 \cdot 10^{-6}.$$

¹⁰ J. KAMMERLOHER, Hochfrequenztechnik III (Gleichrichter), C. F. Wintersche Verlagshandlung, 2. Aufl., Leipzig 1949, S. 189.

An der Bestimmung der gesamten Spannungsschwankungen fehlt noch der Anteil, der durch die Netzspannungsänderungen entsteht. Der Einfluß dieses Anteiles wird dadurch vermindert, daß die dem Hochspannungsgerät zugeführte Primärspannung einem röhrengeregelten Wechselstromgenerator (Firma Siemens) entnommen wird. Um genaue Kenntnis der Schwankungen der Beschleunigungsspannung zu erhalten, wurde ein Netzgerät für 150 Volt Gleichspannung, das in den Werten von R_i/R_a und $C_L \cdot R_a$ mit dem benutzten Hochspannungsnetzgerät übereinstimmt und daher hinsichtlich der Spannungsschwankungen zu diesem äquivalent ist, durchgemessen. Das Ergebnis war unter normalen Betriebsbedingungen $\Delta U/U \approx 1 \cdot 10^{-4}$ während der Dauer von mehreren Minuten. Ein Vergleich mit der vorhergehenden Berechnung der Welligkeit zu $1 \cdot 10^{-6}$ führt deutlich den entscheidenden Einfluß der dem Netzgerät zugeführten Wechselspannung vor Augen. Bei Zugrundelegen des gemessenen Wertes¹¹ erhält man mit $R_B = 50 \mu$

$$\Delta U/U \cdot R_B(1+V) = 1 \cdot 10^{-2} \mu,$$

also mit (7) insgesamt nach (4)

$$|\Delta r_f| = 4 \cdot 10^{-2} \mu$$

und nach (6)

$$\Delta r_\theta = 1,5 \mu.$$

Vergleich der berechneten Fehlerscheibchen

Ein Vergleich der Größen der theoretisch berechenbaren Fehlerscheibchen zeigt das Überwiegen des chromatischen Fehlers der Interferenzen bei nicht zu kleinen Beugungswinkeln.

Seine Größe ist für $\vartheta > 10^{-1}$ vergleichbar mit der Größe des Fehlerscheibchens Δr_s der Photoplatte. (Kleinsten Durchmesser einige μ , Abschnitt B 3.)

Dagegen besitzt für $\vartheta = 0$, d. h. bei fehlendem Objekt, das resultierende Fehlerscheibchen in der Beobachtungsebene, das man durch Addition der einzelnen Anteile erhält, unter den genannten Bedingungen ($R_B = 50 \mu$) theoretisch eine Größe Δr von einigen $10^{-2} \mu$, ist also in diesem Fall wesentlich kleiner als das Fehlerscheibchen der Photoplatte.

Für genaue Aussagen über das Leistungsvermögen der Apparatur benötigt man die Kenntnis der in der Gl. (1) auftretenden, von den Eigenschaften des Objektes unabhängigen Größe $(r_b + \Delta r)/R$. Da die oben durchgeführten Rechnungen nicht alle in dieser Größe enthaltenen Anteile erfassen, sollen sie im folgenden durch einige Messungen ergänzt werden.

D. Experimente zur Feststellung der Auflösungsgränze

Wir untersuchen zunächst den Anteil von $r_b + \Delta r$, der unabhängig von ϑ ist, durch Ausmessen des verkleinerten Brennfleckbildes auf der Photoplatte bei fehlendem Objekt.

Da das Brennfleckbild selbst wegen seiner Kleinheit kaum mit einiger Sicherheit zu beobachten ist, entnehmen wir seine Ausdehnung aus der Breite der Spur, die der Elektronenstrahl auf der Photoplatte hinterläßt, wenn man letztere mit angemessener Geschwindigkeit senkrecht zum Strahlengang bewegt.

Wie die so durchgeführten Versuche zeigten, hängt die Strichbreite stark von den Belichtungsverhältnissen ab. Überstrahlung führt zu zusätzlich starker Verbreiterung und damit zu unbrauchbaren Ergebnissen. Zur Demonstration dieses Sachverhalts zeigt Abb. 4 Aufnahmen eines Brennfleckbildpunktes, bei denen die Belichtungszeit bei konstanter Strahlstromstärke jeweils um den Faktor 2 gesteigert wurde.

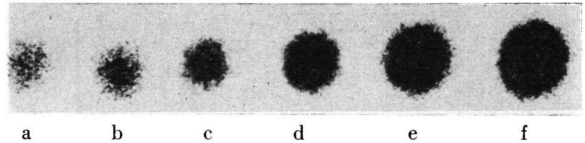


Abb. 4. Brennfleckbild in der Beobachtungsebene bei schwacher Verkleinerung und verschiedener Belichtungszeit (von links nach rechts: $1/4$, $1/2$, 1, 2, 4, 8 sec). Emissionsstrom einige μA . Fleckgröße etwa 70μ .

Zur Verdeutlichung der Verhältnisse wählten wir eine nur schwach verkleinerte Abbildung des Brennflecks (Durchmesser etwa 70μ). Man erkennt einerseits die Wirkung der Überstrahlung, die hier erst schwach aber doch deutlich zur Geltung kommt. Andererseits kann man feststellen, daß sich nicht, wie man meinen könnte, durch ausreichend geringe Belichtung die Fleckgröße beliebig reduzieren läßt. Die Fleckgröße bleibt nämlich zunächst in einem gewissen Bereich (a, b, c) mit zunehmender Strahlungsmenge konstant, um schließlich bei Überstrahlung anzusteigen (d, e, f).

Wir setzen im folgenden das Unterdrücken der Überstrahlung voraus.

Abb. 5 (1. und 2. Kurve) zeigt einen kleinen Teil einer Kurve, die wie oben beschrieben erhalten wurde. Die von den Linsen stark verkleinert abgebildete Blende am Brennfleck r_g hatte hierbei einen Durchmesser von 100μ . Der abgebildeten Aufnahme kann man eine Fleckgröße von etwa 1μ entnehmen. Die Verkleinerung durch die Linsen beträgt somit mindestens 1 : 100. Die Aperturblende in der Linse L_2 hatte einen Durchmesser von 100μ . Die Fehlerscheibchen der Linsenfehler sind also nach

¹¹ Die Annahme der Gültigkeit dieses Wertes für das Hochspannungsnetzgerät während des Betriebes setzt einen entsprechend konstanten Entladestrom voraus. Dies bedingt

insbesondere hinreichend konstante Wechselspannung und Kathodenheizstromstärke. (Diese Voraussetzung wurde von Zeit zu Zeit durch Messungen kontrolliert.)

Abschnitt C wesentlich kleiner als $1\ \mu$. Bei Ersatz der $100\ \mu$ -Brennfleckblende durch eine $10\ \mu$ -Blende, wonach man einen $0,1\ \mu$ -Bildpunkt in der Beobachtungsebene erwartet, weil auch in diesem Fall die berechneten Fehlerscheibchen nach den vorangegangenen Ausführungen noch genügend klein sind, ergaben sich die 3. und 4. Kurve der Abb. 5. Ein Vergleich mit der 1. und 2. Kurve der gleichen Abb. zeigt, daß gegenüber dem vorigen Fall keine Bildverkleinerung eingetreten ist. Wir haben also die Minimalgröße des Brennfleckbildes ($r_b + \Delta r$) erreicht und diese ist ersichtlich durch die Eigenschaft der Photoplatte (Δr_s) (hier Diapositiv-Platte, Perutz) bestimmt.

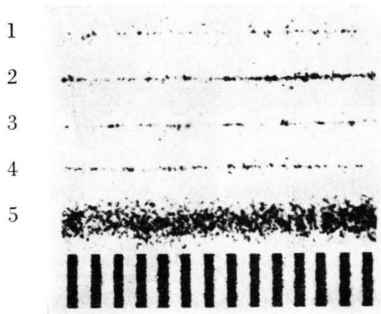


Abb. 5. Aufnahmen des Brennfleckbildes in der Beobachtungsebene bei bewegter Photoplatte. Strichabstand der Skala: $10\ \mu$. Bedingung bei der Registrierung der Kurven von oben nach unten:

1. Brennfleck: $100\ \mu$, 2. Brennfleck: $100\ \mu$,
3. Brennfleck: $10\ \mu$, 4. Brennfleck: $10\ \mu$,
5. Brennfleck: $10\ \mu$.

Abbildung mit beiden Linsen.

Abbildung nur mit der Linse L_2 (L_1 ausgeschaltet).

Um diese Aussage zu prüfen, wurden weitere Aufnahmen mit Aperturbünden von kleinerem Durchmesser bis zu $10\ \mu$ herab ($R_B = 5\ \mu$) gemacht. An dem obigen Ergebnis ändert sich jedoch nichts. Die Experimente zeigen somit, daß die Fehlerscheibchen mit R_B proportionaler Größe nicht die Ursache für die untere Grenze in der Brennfleckbildgröße sein können. Insbesondere gilt dies für den axialen Astigmatismus, über dessen Fehlergröße theoretisch nichts vorliegt. Über einen möglichen Einfluß der in Abschnitt B zusammengestellten nicht berechneten Fehlerquellen kann an Hand der Aufnahmen keine quantitative Aussage gemacht werden.

Eine Messung der Anteile von $r_b + \Delta r$, die von ϑ abhängen, ist nur bei Vorhandensein eines Objek-

tes möglich, und zwar unter der Voraussetzung, daß sie groß gegen λ/L_K und die übrigen Linsenfehler oder wenigstens damit vergleichbar sind.

Nach den theoretischen Abschätzungen in den Abschnitten B und C liegt die Größe des Fehlerscheibchens bei einer Blende von $R_B = 50\ \mu$ und Winkeln $\vartheta = 10^{-1}$ in der Größenordnung $1\ \mu$. Sie übersteigt nach den obigen Messungen also nicht die Fehlerscheibchengröße der Photoplatte.

Infolge der diskreten Energieverluste der Elektronen im Objekt ist wegen der breiteren Winkelverteilung der unelastisch gestreuten Elektronen^{12, 13} eine Verbreiterung der Interferenzpunkte zu erwarten. Überdies sollte bei genügender Auflösung eine Aufspaltung der Interferenzpunkte zu beobachten sein; denn es fallen zwar die Interferenzmaxima der rein elastisch gestreuten Elektronen und diejenigen der erst elastisch und dann unelastisch gestreuten Elektronen zusammen, doch sind demgegenüber die Interferenzmaxima der erst unelastisch und dann elastisch gestreuten Elektronen wegen des Wellenlängenunterschiedes etwas in radialer Richtung nach außen verschoben. Wir wollen die Größe der Aufspaltung abschätzen. Nach (6) beträgt für einen Energieverlust ΔU die Verlagerung des Interferenzpunktes

$$\Delta r_\vartheta = \frac{1}{2} \vartheta R \Delta U / U; \quad \text{mit } R = 28\ \text{cm}, \quad \vartheta = 7 \cdot 10^{-2},$$

$$\Delta U = 20\ \text{V} \quad \text{wird also } \Delta r_\vartheta = 10^{-2}\ \text{mm} = 10\ \mu \quad \text{bei}$$

$$U = 20\ \text{kV} \quad \text{und } \Delta r_\vartheta = 4\ \mu \quad \text{bei } 50\ \text{kV}.$$

Zur Beobachtung dieser Effekte ist an die Kristallitgröße die Forderung $\lambda/L_K \ll \Delta r_\vartheta/R$ zu stellen. Diese Bedingung läßt sich um so eher erfüllen, je kleiner die Beschleunigungsspannung U gewählt wird und je größer die Kristallite sind. Außerdem muß die Winkelbreite der unelastisch gestreuten Elektronen klein gegen $\Delta r_\vartheta/R$ sein.

Der Forderung nach großen Kristalliten genügten von den von uns untersuchten Objekten am ehesten Glimmerfolien und aufgedampfte Aluminiumschichten. Die bisher von uns beobachteten Interferenzen bei Beschleunigungsspannungen zwischen 15 und 50 kV zeigten nicht die genannte Aufspaltung, insbesondere weder die teils relativ scharfen Aluminiuminterferenzen bei 20 kV mit Durchmessern von $10\ \mu$ noch die etwas größeren, außerordentlich scharf begrenzten Glimmerinterferenzen bei 20 kV.

¹² G. HABERSTROH u. H. RAETHER, Naturwiss. 42, 531 [1955].

¹³ G. HABERSTROH, Z. Phys. (im Druck), sowie mündliche Mitteilungen.

Dieses Ergebnis ist für den Fall des Glimmers zu verstehen, da die Messungen mit der elektrischen Gegenfeldmethode ergeben haben, daß hier keine Energieverluste mit merklicher Intensität vorhanden sind¹³. Um das Fehlen der Aufspaltung beim Aluminium zu verstehen, bei welchem die Intensität des ersten Energieverlustes etwa 35% beträgt¹³, sind noch weitere Untersuchungen notwendig.

Unsere Versuche haben also zum Ergebnis, daß das Brennfleckbild $2(r_b + \Delta r)$ bei geeignetem Strahlengang in der Apparatur die Größe von einigen μ nicht übersteigt. Untersuchungen an zahlreichen Präparaten zeigten bisher, daß durchweg das Beugungsbild der Kristallitbegrenzung den unter Benutzung des eben erwähnten Ergebnisses berechneten Betrag $(r_b + \Delta r)/R$ überwiegt, daß also die Apparatur den durch die Bedingung (2) gestellten Anforderungen in praktisch allen Fällen genügt.

Wird Überstrahlung nicht vermieden, so muß man beim Auswerten von Interferenzdiagrammen mit einem entsprechend größeren Δr_s rechnen.

Dies ist bei der Analyse von Interferenzbildern von größtem Wert, da man von vornherein weiß, daß jegliche Interferenzstruktur ihre Ursache im Objekt und nicht in der Apparatur hat.

Der bedeutendste Fehler, der bei großen Kristalliten zu einer Beeinflussung des Beugungsbildes führen kann, ist, abgesehen von den Fehlern durch die Photoplatte, ersichtlich der chromatische Fehler der Interferenzen.

Unsere bisherigen Betrachtungen galten einer Interferenzapparatur mit 2 Elektronenlinsen. Von einiger Bedeutung sind jedoch auch Anlagen mit nur einer Linse, wie sie eingangs bereits erwähnt wurden. Hier fehlt die stark verkleinernde Linse, während eine Blende für Verkleinerung des Brennflecks sorgt. Diesen Fall können wir mit unserer Apparatur durch Abschalten des Erregerstroms der 1. Linse realisieren. Zur Untersuchung dieser Anordnung verwendeten wir am Brennfleck Blenden bis herab zu 10μ Durchmesser und erhielten bei fehlendem Objekt Brennfleckbilder in der Beobachtungsebene mit Durchmessern bis zu etwa 10μ (Abb. 5, 5. Kurve), d. h. $r_b + \Delta r \approx 5 \mu$. Für die Linsenfehler usw. gilt hier das in Abschnitt B Gesagte. Man kann ersichtlich mit einem solchen Aufbau bereits ein hohes Auflösungsvermögen bei gün-

stigen Intensitätsverhältnissen erzielen, welches vielen Ansprüchen durchaus genügt.

Anhang

(Zur Berechnung der Winkelbreite der Interferenzen)

Bei dem in der Abb. 6 wiedergegebenen Strahlengang kann man für die Winkelbreite der Interferenzen näherungsweise ansetzen

$$\delta\vartheta = \lambda/L_K + 2(\psi_0 + \Delta\psi),$$

wo $\Delta\psi$ die Wirkung der Linsenfehler berücksichtigt.

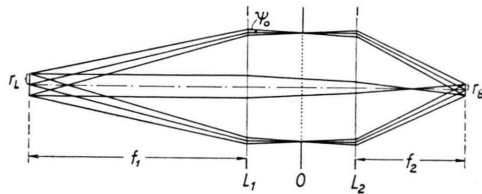


Abb. 6. Strahlengang zur Beobachtung von Interferenzen. r_L Strahlungsquelle (Radius), r_b fehlerfreies Bild der Strahlungsquelle, $L_1=1.$ Linse, O =Objekt, $L_2=2.$ Linse, f_1, f_2 =Brennweite der 1. und 2. Linse, ψ_0 =(halber) Öffnungswinkel des Strahlenbündels, welches das Objekt trifft.

Wir formen dies für die praktische Anwendung etwas um. Nach Abb. 6 gilt

$$\tan \psi_0 \approx \psi_0 = r_L/f_1 = r_b/f_2,$$

wo r_b das „fehlerfreie“ Bild der Strahlungsquelle r_L ist. Bei Berücksichtigung der Linsenfehler ($\Delta\psi$) können wir setzen:

$$\psi_0 + \Delta\psi = (r_b + \Delta r)/f_2.$$

In der Praxis ist es zur Erzeugung von Beugungsbildern üblich, statt der beiden Linsen in Abb. 6 nur eine zu verwenden, die entweder dicht vor (meistens) oder dicht hinter dem Objekt steht und die Strahlungsquelle auf die Beobachtungsebene abbildet. In diesem Fall können wir die obige Formel als erste Näherung heranziehen und haben dann $\psi_0 + \Delta\psi$ durch $(r_b + \Delta r)/R$ zu ersetzen, wo R der Abstand der Beobachtungsebene vom Objekt ist. Damit ergibt sich dann

$$\delta\vartheta \approx \lambda/L_K + 2(r_b + \Delta r)/R.$$

Praktisch besitzt auch der Abstand z_b der Beobachtungsebene von der Linse annähernd die Größe R (also $z_b \approx R$).

Herrn Professor Dr. H. RAETHER danke ich für die Anregung und Unterstützung der Arbeit. Mein Dank gilt ferner Herrn Dipl.-Phys. G. HABERSTROH für die Messung der Energieverluste der Elektronen in Glimmer-Folien mit der Gegenfeldmethode. Die Deutsche Forschungsgemeinschaft hat in dankenswerter Weise die Arbeit durch Bereitstellung zahlreicher Geräte unterstützt.