

daß durch die auftretende Übertemperatur ein spürbarer Abfall von  $R_H$  erfolgte. Mit den übrigen Schichteigenschaften ergibt sich eine maximale HALL-Zahl von  $7,5 \cdot 10^{-3} \text{ [V/kG (mW)}^{1/2}]$ . Daraus folgt, daß bei einer magnetischen Induktion von  $B = 10 \text{ kG}$  im Leerlauf eine maximale HALL-Spannung bis  $2,5 \text{ V}$  möglich ist. Durch verbesserte Wärmeableitung kann dieser Betrag weiter erhöht werden.

Man erkennt also, daß unter Berücksichtigung der erzielbaren HALL-Beweglichkeit die erhaltenen Aufdampfschichten durchaus die für einen HALL-Generator notwendigen Eigenschaften besitzen.

### 2.2.3 Leitfähigkeit $\sigma$

Bezüglich der spezifischen Leitfähigkeit der Aufdampfschichten gilt dasselbe, was bereits oben für die HALL-Konstante  $R_H$  gesagt wurde. Es ist auch diese Größe mit der Unsicherheit der Schichtdicken-

messung behaftet. Aus der Beziehung  $\sigma = \mu_H / R_H$  ergeben sich Werte zwischen

$$\sigma = 100 \dots 600 \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1},$$

die im Mittel jedoch bei  $200 \Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$  liegen. Die Abhängigkeit dieser Größe von der Temperatur zeigt wiederum im Bereich zwischen Raumtemperatur und  $100^\circ \text{C}$  einen Temperaturkoeffizienten

$$\alpha = 8 \dots 9 \cdot 10^{-4} \text{ }^\circ \text{C}^{-1}.$$

Dieser Wert liegt geringfügig niedriger als derjenige des Massivmaterials.

Für die Möglichkeit zur Durchführung der Untersuchungen sowie für wertvolle Diskussionen sei Herrn Dir. Dr. A. SIEMENS und Herrn Dr. W. HÄNLEIN vielmals gedankt. Aufrichtiger Dank gebührt ferner Herrn H. FRELLE für die sorgfältige Ausführung zahlreicher Versuchsbedampfungen.

## Experimentelle Untersuchungen über den Einfluß der unelastischen Streuung auf den Kontrast leichtatomiger Substanzen im Elektronenmikroskop und über die Kontrastdicke\*

VON WERNER LIPPERT

Aus dem Max-Planck-Institut für Biophysik, Frankfurt a. M., Direktor: Prof. Dr. Dr. Dr. B. RAJEWSKY  
(Z. Naturforsch. 13 a, 1089—1093 [1958]; eingegangen am 4. September 1958)

Zur Ergänzung einer früheren Arbeit<sup>1</sup> werden Messungen der elektronenmikroskopischen Durchlässigkeit an Kohlefolien mitgeteilt, bei denen zum Teil die unelastisch gestreuten Elektronen abgefiltert waren. Dadurch wurden genauere Bestimmungen der Kontrastdicke, sowie des Verhältnisses des unelastischen zum elastischen Streuquerschnitt möglich.

Kenntnisse über die in elektronenmikroskopischen Objekten unelastisch gestreuten Elektronen sind aus verschiedenen Gründen erwünscht. Einmal läßt sich der Flächenkontrast bei kleinen Objektivaperturen nur dann richtig deuten, wenn man auch die unelastische Streuung mitberücksichtigt, dann ist z. B. das Verhältnis des unelastischen zum elastischen Streuquerschnitt für den Vergleich mit theoretischen Ansätzen von Bedeutung, und schließlich ist es für die Abschätzung von chromatischen Fehlern von Interesse, die Zahl der unelastisch gestreuten Elektronen zu kennen (vgl. I)<sup>2</sup>.

In einem ursprünglich ausreichend geschwindig-

keitshomogenen Elektronenstrahl ausreichend kleiner Apertur sind nach dem Durchgang durch ein elektronenmikroskopisches Objekt bekanntlich Elektronen vorhanden, die keine Streuung erlitten haben und solche, die nur elastisch, nur unelastisch und sowohl elastisch als auch unelastisch (*gemischt*) gestreut wurden. Relativ leicht lassen sich mit Hilfe eines geeigneten Filters die unelastisch oder gemischt gestreuten Elektronen kennzeichnen. Da Geschwindigkeitsverluste zwischen 0 und ungefähr 5 V bekanntlich sehr selten sind, braucht das Filter erst von etwa 3 V an wirksam zu sein. Aussagen über die nicht gestreuten und die rein elastisch gestreuten

\* Herrn Prof. Dr. Dr. Dr. B. RAJEWSKY zum 65. Geburtstage am 19. 7. 1958 gewidmet.

<sup>1</sup> Diese Untersuchung ist die Fortsetzung einer früheren Ar-

beit<sup>2</sup>, die im folgenden mit I zitiert wird. Auch bezüglich der Literaturzitate sei auf I verwiesen.

<sup>2</sup> W. LIPPERT, Z. Naturforsch. 13 a, 274 [1958].



Elektronen sowie über das Verhältnis des unelastischen zum elastischen Streuquerschnitt lassen sich dann noch aus der Abhängigkeit der gefilterten und der nicht gefilterten Elektronen von der Objektivapertur gewinnen. Experimentell wurde die Abhängigkeit der Durchlässigkeit von der Objektivapertur wie schon in anderen Arbeiten bestimmt. Zum Unterschied von diesen Arbeiten passieren aber hier die Elektronen ein ausschaltbares Filter. Als Filter haben wir einen MÖLLENSTEDTSchen Geschwindigkeitsanalysator<sup>3</sup> benutzt.

### Apparatur

Für die Messungen haben wir die in Abb. 1 skizzierte Apparatur, die aus einem alten elektrostatischen Elektronenmikroskop entwickelt wurde, benutzt. Die Elemente der Apparatur waren während des Betriebs ein-



Abb. 1. Experimentelle Anordnung zur Messung des Kontrasts mit ungefilterten und gefilterten Elektronen.

und ausschaltbar, so daß folgende Vorgänge durchgeführt werden konnten:

1. normale elektronenmikroskopische Betrachtung des Objekts,
2. Beobachtung der unteren Brennebene des Objektivs und Einjustierung der gewählten Kontrastblende,
3. Messung des ungefilterten und des gefilterten Elektronenstrahls mit Hilfe von Leuchtschicht und Photomultiplier,
4. Absolutmessung des Elektronenstrahls mit Auffänger und Elektrometer.

Um Änderungen des Objekts durch den Elektronenstrahl möglichst zu vermeiden, wurde stets mit möglichst geringer Strahlstromstärke gearbeitet. Zur Messung des direkten Strahls wurde in der üblichen Art ein Feld des Netzes, auf dem die zu messenden Folien aus Form-

var oder Kohle aufgezogen waren, durchstoßen. Der Blendenrevolver für die Kontrastblenden gestattete die Einstellung von 5 verschiedenen Aperturen ( $0,82$ ;  $4,3$ ;  $12,3$ ;  $25,7$  und  $44,0 \cdot 10^{-3}$ ), während sich das Objekt im Strahlengang befand. Diese Aperturwerte wurden aus den lichtmikroskopisch gemessenen Blendendurchmessern und der Objektivbrennweite errechnet und die größeren Aperturen außerdem durch die Ausblendung bei Beugungsspektren kontrolliert. Für die Strahlapertur wurden Werte zwischen  $0,5$  und  $0,7 \cdot 10^{-3}$  gefunden. Sie schien etwas von den Betriebsbedingungen im Strahlerzeuger (WEHNELT-Spannung, Einstellung und Alter des Heizfadens) abzuhängen. Für die größeren Objektivaperturen ist diese Strahlapertur vernachlässigbar klein, bei der kleinsten ist dagegen ein gewisser Einfluß der Strahlapertur auf die Durchlässigkeit gegeben.

### Die Abhängigkeit der Durchlässigkeit von der Objektivapertur

In Abb. 2 sind einige für  $n = 2$ ,  $p = 1/2$  und  $Z = 6$  (vgl. I) errechnete Kurven zusammengestellt. Auf der Abszisse ist die Objektivapertur in Vielfachen der Winkelkonstanten (s. I), auf der Ordinate die Durchlässigkeit aufgetragen. Die Kurve a stellt die

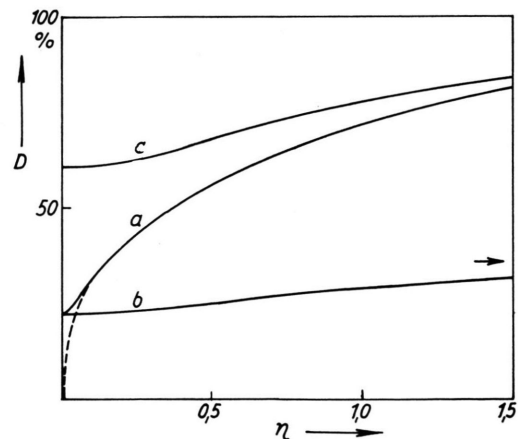


Abb. 2. Unter verschiedenen Voraussetzungen errechnete Durchlässigkeit als Funktion der Objektivapertur  $\eta$  für ein Objekt mit den Eigenschaften  $Z=6$ ,  $p=1/2$  und  $n=2$ . Kurve a: errechnet unter Berücksichtigung der elastischen und der unelastischen Streuung ohne Filterung (gestrichelter Ast: für  $n=\infty$ ). Kurve b: errechnet unter den gleichen Voraussetzungen wie a, aber mit Filterung. Kurve c: errechnet unter Berücksichtigung nur der elastischen Streuung.

Durchlässigkeit ohne Filterung, die Kurve b diejenige mit Filterung dar. Für große Aperturen geht b gegen den durch den Pfeil angegebenen Grenzwert. c zeigt die Durchlässigkeit, die man bei Vernachlässigung der unelastischen Streuung erhält. Der gestrichelte Zweig der Kurve a in der Nähe der Aper-

<sup>3</sup> z. B. W. DIETRICH, Z. Phys. **151**, 519 [1958].

tur Null gibt den Verlauf für  $n = \infty$  an.  $n$  läßt sich aus dem Verhalten von  $a$  und  $b$  bei kleinen Aperturen ermitteln oder auch aus dem auf große Aperturen extrapolierten Verhalten von  $b$  abschätzen. In Abb. 3 ist eine besonders ausgedehnte Meßreihe an Folien aus Formvar, die bei einer Strahlspannung von 38,8 kV durchgeführt wurde, zusammengestellt. Diese Meßreihe wurde vor allem auch dazu benutzt, die Apparatur zu überprüfen und zu verbessern. Daraus erklärt sich, daß die Streuung der Meßpunkte manchmal relativ groß ist. Man erkennt deutlich die beiden Kurventypen  $a$  und  $b$ . Die Kurven der Art  $b$  lassen sich mit recht guter Genauigkeit auf die Apertur Null extrapolieren. Dieser Punkt ist dann gleichzeitig ein Punkt von  $a$ .

Es soll nun gezeigt werden, daß sich die Meßresultate in einer recht gedrängten Form zusammenfassen lassen. Eine Möglichkeit dazu bietet der Ansatz einer exponentiellen Abhängigkeit der Durchlässigkeit von der Schicht- bzw. Massendicke (s. I). Es ist dann zu schreiben:

$$D(p, \alpha, U) = e^{-p \cdot f(\alpha, U)}.$$

Dabei bedeutet  $D$  die Durchlässigkeit,  $p$  die Schicht- bzw. Massendicke und  $f(\alpha, U)$  eine von Apertur und Strahlspannung abhängige Funktion. Wenn die Meßresultate dieser Beziehung genügen, muß der Ausdruck  $\ln D(\alpha)/\ln D(\alpha=0) = f(\alpha, U)/f(0, U)$  von der Schichtdicke unabhängig sein. Wir haben die Meßresultate der Abb. 3 entsprechend ausgewertet und die erhaltenen Zahlen in Abb. 4 dargestellt (Kurve F). Man sieht, daß sich innerhalb der Meßgenauigkeit keine Abhängigkeit von der Schichtdicke

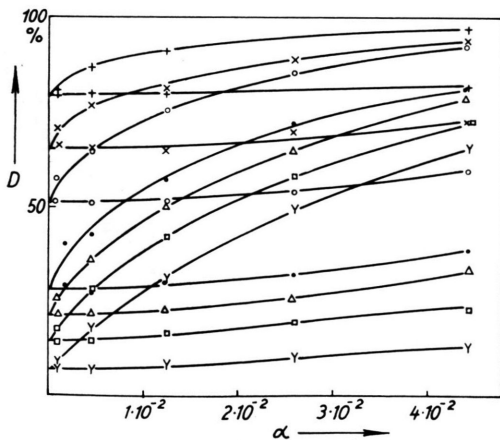


Abb. 3. Durchlässigkeit als Funktion der Objektivapertur  $\alpha$  von Formvarfolien verschiedener Dicke bei ungefiltertem und gefiltertem Strahl.

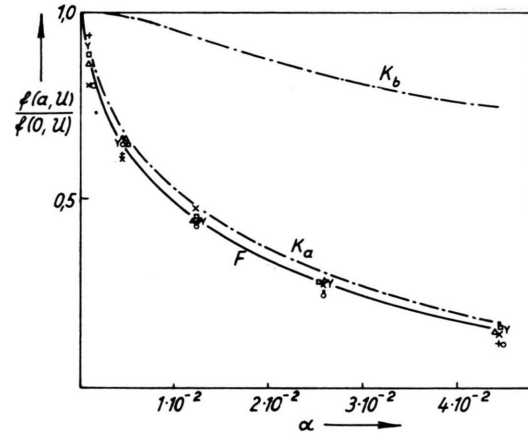


Abb. 4.  $f(\alpha, U)/f(0, U)$  als Funktion von  $\alpha$  für Formvar (F) und Kohle ( $K_a$  und  $K_b$ ).

erkennen läßt. Die entsprechende Kurve  $K_a$  für Kohlefolien verläuft ähnlich, jedoch stets oberhalb von F. Auch die Kurven der Art  $b$  lassen sich entsprechend auswerten. Ein Beispiel für Kohlefolien gibt die Kurve  $K_b$  der Abb. 4.

### Die Abhängigkeit von der Strahlspannung und der Massendicke

Ähnlich wie die Aperturabhängigkeit der Durchlässigkeit läßt sich auch die Abhängigkeit von der Strahlspannung an nicht gewogenen Folien bestimmen, solange man nur auf Relativzahlen für  $f$  Wert legt. Da bei uns zunächst nicht befriedigend übereinstimmende Messungen an einem elektrostatischen und einem elektromagnetischen Mikroskop (letzteres ohne Geschwindigkeitsanalysator) vorlagen, haben wir u. a. auch die Strahlspannung einer genaueren Prüfung unterzogen. Die Einstellungen am elektrostatischen Mikroskop, die Spannungen von 30, 40 und 50 kV liefern sollten, führten zu Spannungen von 29,6; 38,8 und 47,0 kV. Bei der 50 kV-Stufe des elektromagnetischen Instruments wurden 53,8 kV gemessen.

Um die gemessene Durchlässigkeit mit der Massendicke direkt in Beziehung setzen zu können, haben wir anschließend die Durchlässigkeit von Kohleschichten, deren Massendicke durch Wägung bestimmt war, ermittelt. Da wir die Relativwerte von  $f$  bei verschiedenen Objektivaperturen und Strahlspannungen schon an nicht gewogenen Folien bestimmt hatten, konnten wir uns dann bei den gewogenen Folien umgekehrt auf die Messung der

Durchlässigkeit bei meistens nur einer Spannung und einer Apertur beschränken.

Die Massendicke ist im Vergleich zu den anderen zu messenden Größen mit weitaus der größten Unsicherheit behaftet. Die Reproduzierbarkeit einer Wägung war, wie auch eine öfter mitgewogene leere Bedampfungsunterlage zeigte, besser als  $\pm 0,5 \mu\text{g}$  pro  $\text{cm}^2$ , so daß man aus der Unsicherheit der Wägung heraus z. B. bei  $10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  eine Streuung von höchstens  $\pm 5\%$  erwarten sollte. Es zeigte sich aber, daß die Streuung von allen verwertbaren Messungen, wenn man Verschiedenheiten beim Verhältnis ( $\ln D$  : Massendicke) allein als Streuung der Massendicke auffaßt, ungefähr  $\pm 10\%$  beträgt. Diese größere Streuung dürfte ihre Ursache in unterschiedlichen Eigenschaften der Schichten haben. Gestützt wird diese Vermutung z. B. durch die Beobachtung, daß Schichten, die in einem Arbeitsgang hergestellt wurden, meistens untereinander auffallend wenig gestreut haben, z. Tl. ganz erheblich weniger als es auf Grund der begrenzten Wiegegenauigkeit verständlich gewesen wäre. Wodurch sich diese Schichten, die bei gleicher Massendicke eine stark verschiedene Durchlässigkeit zeigen, unterscheiden, kann z. Zt. nicht mit Bestimmtheit gesagt werden. Zunächst könnte an einen durch verschiedene Bedampfungsbedingungen bewirkten unterschiedlichen Aufbau der Schichten gedacht werden. Folgende bei der Sichtung des gesamten Materials gemachte Beobachtung könnte eventuell eine andere Erklärungsmöglichkeit stützen:

Bei der Bestimmung der Massendicke sind stets zwei Wägungen erforderlich: eine mit der leeren, eine andere mit der bedampften Unterlage. Wurde nun diese zweite Wägung unmittelbar anschließend an die Bedampfung vorgenommen, so waren die Schichten im allgemeinen kontrastreicher als ungefähr gleichschwere, bei denen zwischen Bedampfung und Wägung ein oder mehrere Tage lagen. Dies könnte so gedeutet werden, daß vielleicht die Schichten im Verlauf von Tagen irgend etwas aus der Luft aufnehmen. Bei den später gewogenen Schichten wurde dieser Zuwachs berücksichtigt, bei denjenigen die unmittelbar anschließend an die Bedampfung gewogen wurden, nicht. Weiterhin muß bedacht werden, daß es gerade nur hier bei der Bestimmung der Abhängigkeit des Kontrastes von der Massendicke darauf ankommt, daß das Einrichten der Schichten im Elektronenmikroskop zur Messung so schonend geschieht, daß keine wesentliche Änderung der Massendicke eintritt. Dieses Einrichten umfaßt das Aussuchen von zur Messung geeigneten Feldern der Netzblende, die elektronenmikroskopische Durchmusterung des ausgesuchten Feldes auf eventuelle Ungleichmäßigkeiten und Verschmutzungen und die Einjustierung der Kon-

trastblende und des Elektronenstrahls. Als eine weitere Ursache schließlich ist denkbar, daß bei der Herstellung der Kohleschicht gelegentlich die Unterlage sehr ungleichmäßig bedampft wurde.

Wir haben darauf verzichtet, die Frage der Ungleichmäßigkeit der aufgedampften Kohleschichten in diesem Zusammenhang noch weiter zu verfolgen, da wir glauben, daß die z. Zt. erreichte Genauigkeit der Massendickebestimmung von  $\pm 10\%$  für viele Zwecke ausreichend ist, und es im übrigen ratsam sein dürfte, für solche Untersuchungen außer der Waage und dem Elektronenmikroskop noch andere experimentelle Hilfsmittel einzusetzen.

Als zusammenfassendes Ergebnis der Messungen sei in Abb. 5 die Kontrastdicke (s. I) für Kohle als Funktion der Objektivapertur dargestellt. Die Kontrastdicke  $x_k$  ist dabei definiert in dem Bereich, in dem der Logarithmus der Durchlässigkeit linear von der Massendicke abhängt, und zwar durch die Beziehung:

$$D = \exp(-p/x_k),$$

sie ist also das Reziproke der früher definierten Funktion  $f$ . Umgekehrt erhält man aus der Durchlässigkeit einer Schicht deren Massendicke, indem man den natürlichen Logarithmus der reziproken Durchlässigkeit mit der Kontrastdicke multipliziert.

Zur Ermittlung der Kurven von Abb. 5 ist noch

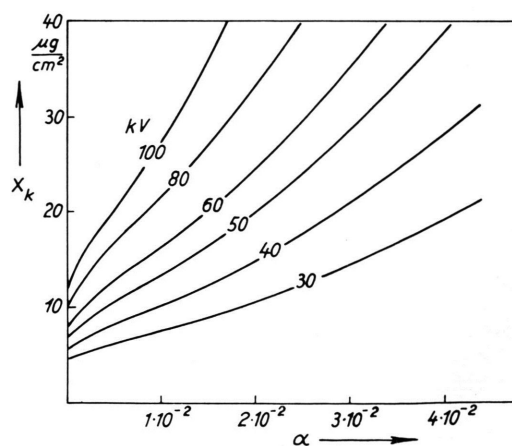


Abb. 5. Kontrastdicke für Kohle als Funktion von  $\alpha$  für verschiedene Strahlspannungen.

folgendes zu sagen: Die Kurven für 30, 40 und 50 kV stützen sich auf Relativmessungen an ungewogenen Folien mit der in Abb. 1 skizzierten Apparatur und auf Kontrollmessungen mit einem magnetischen Mikroskop. Die Kurven für 100 kV sind aus Vergleichsmessungen zwischen 110 und 53,8 kV



im magnetischen Mikroskop bestimmt. Die gewogenen Folien wurden mit der elektrostatischen Anordnung bei kleinen Aperturen mit gefiltertem Strahl vermessen. Die Kurven für 60 und 80 kV schließlich wurden zum Schluß interpoliert.

Über die Grenzen des Bereichs, in dem für die Durchlässigkeit das Exponentialgesetz gilt, sind z. Zt. noch keine genaueren Aussagen möglich. Wir haben bei den jetzigen Untersuchungen Foliendicken bis  $17 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ , bei früheren aber auch schon solche von  $70 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  vermessen, ohne daß sich eine wirklich wesentlich außerhalb der Fehlerbreite liegende Abweichung vom Exponentialgesetz gezeigt hätte.

### Vergleich mit der Theorie

In dem folgenden Vergleich zwischen Experiment und Theorie soll lediglich dem Experimentator gezeigt werden, wie er eventuell auf andere Verhältnisse (andere Materialien, andere Betriebszustände des Mikroskops) extrapolieren kann. Für eine wirklich kritische Betrachtung müßte vor allem darüber diskutiert werden, inwieweit die experimentelle Anordnung den Voraussetzungen der Theorie entspricht, z. B. wäre der Einfluß des chromatischen Fehlers des Objektivs zu betrachten.

In Abb. 6 ist nochmals die Kontrastdicke für 50 kV, wie sie sich aus den Messungen ergab, eingezeichnet. Dazu ist die nach dem früher (I) geschilderten Verfahren berechnete Kontrastdicke für  $n = 1,8$  dargestellt, und zwar einmal, wenn man die von LEISEGANG vorgeschlagenen Werte für Aufhellungsdicke und Winkelkonstante benutzt, das andere Mal,

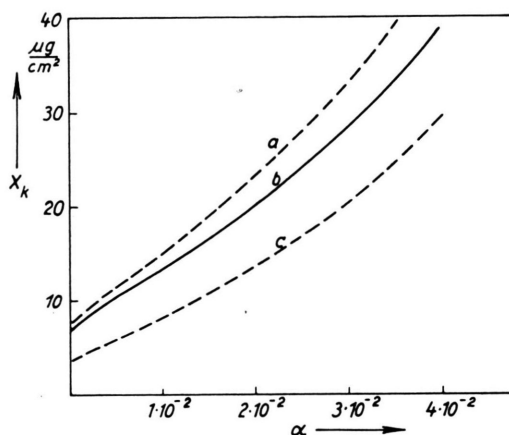


Abb. 6. Kontrastdicke als Funktion von  $\alpha$  für 50 kV; a) errechnet nach LEISEGANG ( $x_a = 21,4 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ,  $\vartheta_0 = 0,029$ ) mit  $n = 1,8$ ; b) experimentell bestimmt; c) errechnet nach LENZ ( $x_a = 11 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ,  $\vartheta_0 = 0,0245$ ) mit  $n = 1,8$ .

wenn man die Werte nach LENZ verwendet. Man sieht, daß die experimentelle Kurve zwischen den beiden theoretischen liegt, und zwar dichter an der Kurve nach LEISEGANG. Zu berücksichtigen ist dabei stets, daß die experimentelle Kurve bezüglich der Massendicke nur auf ungefähr  $\pm 10\%$  festgelegt ist.

Das Verhältnis des unelastischen zum elastischen Streuquerschnitt  $n$  wurde nach den oben angegebenen Verfahren ermittelt. Man erhält aus dem Verlauf der Durchlässigkeit bei kleinen Aperturen ein  $n$  von ungefähr  $1,8 - 2,0$ , während die Extrapolation der Durchlässigkeit bei gefilterten Elektronen auf große Objektivaperturen auf ein  $n$  zwischen 2 und 2,5 führt.  $n = 2$  ist mit den Resultaten aus beiden Verfahren verträglich.

## NOTIZEN

### Über die Wechselwirkungsenergie der Ladungsträger in einem Plasma

Von G. ECKER und W. WEIZEL

Institut für Theoretische Physik der Universität Bonn  
(Z. Naturforsch. **13 a**, 1093—1094 [1958]; eingeg. am 16. September 1958)

Zur Berechnung des effektiven Ionisierungspotentials haben wir in einer Arbeit <sup>1</sup> zur Beschreibung der Plasmawechselwirkung den Ansatz

$$U_W = U_a + U_p = - \left\{ \frac{2 e^2 \bar{\alpha}}{r_0} + \frac{e^2}{D} \frac{(1 + \sqrt{2})}{(\sqrt{2})^3} \right\} \bar{N} \cdot x$$

verwendet ( $e$  = Elektronenladung,  $r_0 = (V/\bar{N} x)^{1/3}$ ,  $D = (k T / 8 \pi \bar{N} x e^2)^{1/2}$  = DEBYE-Länge,  $x$  = Ionisierungsgrad,  $\bar{N}$  = Zahl der ursprünglich vorhandenen Atome und  $V$  = Gesamtvolumen).  $\bar{\alpha}$  wurde in Anlehnung an die Gittertheorie als „mittlerer MADELUNGScher Koeffizient“ bezeichnet und die mangelnde Bestimmtheit dieser Größe besonders betont.

In einer Notiz <sup>2</sup> glaubte THEIMER kürzlich eine einfache Methode zur Berechnung von  $\alpha$  mitteilen zu können.

<sup>1</sup> G. ECKER u. W. WEIZEL, Ann. Phys., Lpz. **17**, 126 [1956].

<sup>2</sup> O. THEIMER, Z. Naturforsch. **12 a**, 518 [1957].