

in der Größenordnung 0,1 eV oder weniger. (Struktur I, thermisch leicht zerstörbar). Durch Tempern der Schicht gewinnen die O_2 -Molekeln mehr Energie und erreichen den Punkt X auf der Kurve $Ag + O_2$. Dort kreuzt die Potentiallinie $Ag + 2O$ für eine dissoziierte Molekel. Im Punkt X kann die Molekel ohne weitere Energiezufuhr dissoziieren. Die Atome nähern sich unter Energieabgabe entlang der Kurve $Ag + 2O$ weiter der Oberfläche und schwingen um Gleichgewichtslagen bei b. Diese Bindung ist sehr viel fester als die bei a, da E_2 in der Größenordnung einiger eV liegt (Chemisorption, Struktur II). Eine so gebundene Schicht dürfte sich thermisch nicht zerstören lassen, denn 800 °C ent-

sprechen 0,1 eV. Thermisch kann nur die Aktivierungsenergie Q (Abb. 4) aufgebracht werden. Es wird interessant sein, die zugehörige Temperatur zu finden, die natürlich nicht scharf definiert ist.

Auf der chemisorbierten kann sich wieder eine neue physikalisch adsorbierte Gasschicht ordnen. Wir haben Andeutungen beobachtet, können aber noch keine reproduzierbaren Bilder vorlegen.

Herrn Professor WOLF, Herrn Dr. FRITSCH und Herrn Dipl.-Phys. WILD danke ich für wertvolle Diskussionen, der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereitstellung zahlreicher Geräte und sonstiger Mittel.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen an dünnen Kohlefolien *

F. THON

Siemens & Halske AG, Wernerwerk für Meßtechnik, Laboratoriumsabteilung MG, Berlin

(Z. Naturforsch. 20 a, 154—155 [1965]; eingeg. am 30. Dezember 1964)

Elektronenmikroskopische Abbildungen von Objektträgerfilmen zeigen bekanntlich eine mit zunehmender Defokussierung gröber werdende Granulation. Hierauf hat bereits SjöSTRAND¹ hingewiesen. LENZ^{2,3} gab eine theoretische Deutung dieser Erscheinung, wonach örtliche Schwankungen des inneren Potentials im Trägerfilm eine Phasenmodulation der auf das Objekt auftreffenden Elektronenwelle bewirken und je nach dem Grad der Defokussierung Δz diejenigen im Objekt vorhandenen Potentialschwankungen zu deutlichem Phasenkontrast führen, deren Wellenlänge λ der Beziehung

$$\lambda = + (2 \lambda \cdot \Delta z)^{1/2} \quad (1)$$

(λ = Elektronenwellenlänge, Δz = Verschiebung der abgebildeten Ebene gegen die Objektebene) genügt. Gl. (1) ergab sich dabei aus einer Berechnung der Stromdichteverteilung im Raum zwischen Objekt und Objektivlinse.

Zur experimentellen Nachprüfung der Beziehung (1) im Hochauflösungsgebiet wurden mit einem Elmiskop IA bei einer Beschleunigungsspannung $U_A = 100$ kV ($\lambda = 3,7 \cdot 10^{-9}$ mm) feingestufte Fokussierungsreihen an dünnen Kohlefilmen durchgeführt und in den einzelnen Aufnahmen die Abstände λ kontrastbetonter Strukturen ausgemessen. Die auf das Objekt bezogenen Mittelwerte der Abstände sind mit der mittleren Schwankung der Einzelmessung in Abb. 1 über einer Defokussierung $\Delta z'$ aufgetragen, deren Nullpunkt zunächst willkürlich in die mit der ersten Aufnahme abgebildete Ebene gelegt wurde, da die exakte axiale Lage der Objektebene in bezug auf die GAUSSsche Bildebene in

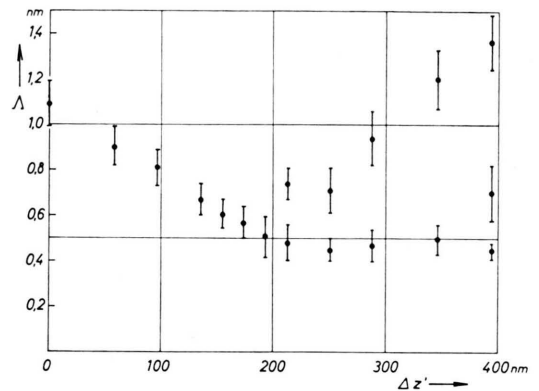


Abb. 1. Mittelwerte der auf den einzelnen Aufnahmen einer Fokussierungsreihe ausgemessenen und auf die Objektebene bezogenen Abstände λ kontrastbetonter Strukturen in Abhängigkeit von der Defokussierung $\Delta z'$ gegen die mit der ersten Aufnahme der Reihe abgebildete Ebene. Die angegebene Fehlerbreite kennzeichnet die mittlere Schwankung der Einzelmessung. Die Fokussierungsreihe wurde an einem Elmiskop IA (Öffnungsfehlerkonstante der Objektivlinse: $C_0 \approx 4$ mm) mit der Beschleunigungsspannung $U_A = 100$ kV, einer Bestrahlungsapertur $\alpha_B \approx 2 \cdot 10^{-3}$ und einer Objektivapertur $\Theta_0 = 8,9 \cdot 10^{-3}$ durchgeführt.

diesem Stadium der Beobachtung noch nicht bekannt ist.

Versucht man, die Meßpunkte in die in Abb. 2 gestrichelt dargestellte Parabel nach der Beziehung (1) und ihre Spiegelung an der λ -Achse durch geeignete Abszissenverschiebung einzuordnen, so ergibt sich nur für größere Defokussierungen angenäherte Übereinstimmung. In der Umgebung von $\Delta z = 0$ werden im Widerspruch zu (1) Strukturen mit Abständen von etwa 0,7 nm betont; außerdem wird durch (1) nicht erklärt, daß bei geeigneten positiven Defokussierungen Strukturen mit merklich unterschiedlichen Abständen („Raumfrequenzen“) gleichzeitig und mit vergleichbarer Häufigkeit kontrastbetont auftreten. Die Be-

* Ein Teil dieser Ergebnisse wurde auf der 3. European Regional Conf. Electron Microscopy in Prag, 26. 8. 1964 bis 3. 9. 1964, mitgeteilt.

¹ F. S. SJÖSTRAND, Sci. Tools 2, 25 [1955].

² B. v. BORRIES u. F. LENZ, in Electron Microscopy, Proc. Stockholm Conf. Sept. 1956; hrsggeg. v. F. S. SJÖSTRAND u. J. RHODIN, Verlag Almqvist u. Wiksell, Stockholm 1957, S. 60.

³ F. LENZ u. W. SCHEFFELS, Z. Naturforsch. 13 a, 226 [1958].



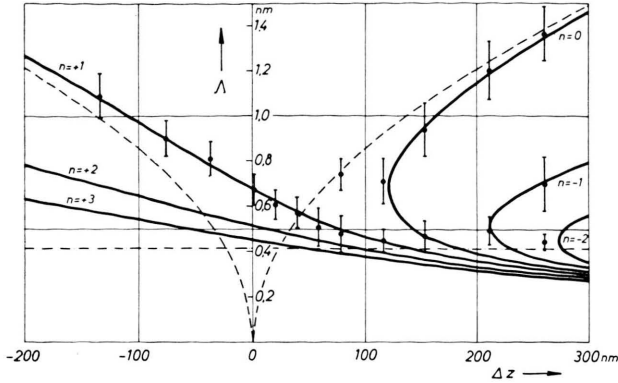


Abb. 2. Theoretische Defokussierungsabhängigkeit der Abstände Δ nach Gl. (1) (gestrichelte Kurven) und nach Gl. (4) (ausgezogene Kurven) zusammen mit den experimentellen Werten der Abb. 1 bei geeigneter Abszissenverschiebung. Die Objektivaperturbegrenzung wird durch die strichpunktierte Gerade $\Delta = \lambda(100 \text{ kV})/\theta_0$ gekennzeichnet.

ziehung (1) liefert auch keine Erklärung für den experimentellen Befund, daß die bei positiven Defokussierungen von $\approx 110 - 130 \text{ nm}$, $200 - 220 \text{ nm}$ und 260 bis 280 nm angefertigten Aufnahmen allgemein besseren Kontrast zeigen, als Aufnahmen mit anderen Werten der Defokussierung.

Die von (1) im Gebiet kleiner Abstände Δ abweichenden experimentellen Ergebnisse werden verständlich, wenn man die Phasenverschiebung der Elektronenwellen durch Defokussierung Δz und Öffnungsfehler berücksichtigt. Nach SCHERZER⁴ wird die hierdurch zustandekommende Phasenverschiebung γ einer Elektronenwelle im Bildpunkt beschrieben durch

$$\gamma = \frac{\pi}{2\lambda} (C_0 \Theta^4 - 2 \Delta z \Theta^2). \quad (2)$$

Dabei ist C_0 die Öffnungsfehlerkonstante und Θ der Winkel zwischen der Objektivachse und dem Wellenvektor der Elektronenwelle in der Objektebene. Betrachtet man die Kohlefolie als schwaches Phasenobjekt (ZERNIKE-Objekt), so sollten jeweils diejenigen Potentialschwankungen im Objekt besonders kontrastreich abgebildet werden, deren erste Beugungsordnung eine Phasenverschiebung

$$\gamma = (2n - 1) \frac{\pi}{2}, \quad n \text{ ganzzahlig}, \quad (3)$$

gegen die ungebeugte Welle erleidet⁵. Wenn man die Beziehung (3) in (2) einsetzt, so erhält man mit $\Delta = \lambda/\Theta$

$$\Delta = \lambda \left[\frac{\Delta z}{C_0} \pm \left(\frac{\Delta z^2}{C_0^2} + \frac{(2n-1)\lambda}{C_0} \right)^{1/2} \right]^{-1/2}. \quad (4)$$

Gl. (4) kann offenbar als Erweiterung der LENZschen Beziehung (1) für den Fall nichtverschwindenden Öffnungsfehlers angesehen werden, denn die Parabel (1) und ihre Spiegelung an der Δ -Achse folgen auf die gleiche Weise aus (2) und (3) für $C_0 \rightarrow 0$ und $n=0$ und $n=+1$.

In Abb. 2 ist Δ nach (4) für $n=0, \pm 1, \pm 2, + 3$ mit $C_0 = 4 \text{ mm}$ (Elmiskop I-Objektiv) und $\lambda = 3,7 \cdot 10^{-9} \text{ mm}$ dargestellt (ausgezogene Kurven). Die Übereinstimmung mit den experimentellen Werten ist recht gut; lediglich bei $\Delta z \approx + 80 \text{ nm}$ treten bereits größere Abstände auf, die erst bei größeren positiven Defokussierungen zu erwarten wären. Die Scheitelpunkte der Kurvenzweige für negative Phasenverschiebung haben die Abszissen

$$\Delta z = + (1 - 2n)^{1/2} \cdot \lambda^{1/2} \cdot C_0^{1/2} \quad (5)$$

(für $n=0$ identisch mit dem SCHERZERSchen Optimalfokus⁴), also $\Delta z = 121,6; 210,8$ und 272 nm . Die Ordinaten dieser Scheitelpunkte haben die Werte

$$\Delta = + (1 - 2n)^{-1/4} \cdot \lambda^{3/4} \cdot C_0^{1/4}, \quad (6)$$

stimmen also für $n=0$ bis auf einen Zahlenfaktor von der Größenordnung 1 mit der theoretischen Auflösungsgrenze des Elektronenmikroskops bei nichtverschwindendem Öffnungsfehler überein. In der näheren Umgebung dieser Defokussierungswerte erzeugt jeweils eine relativ große Linsenzone eine geeignete Phasenverschiebung nach (3), was nach dem oben erwähnten experimentellen Befund offenbar zu besonders günstigen Kontrastverhältnissen führt. Die Kurvenzweige für $n=0$ und $n=+1$ nähern sich für größere Werte von Δ asymptotisch den entsprechenden Kurvenzweigen nach Gl. (1), für $\Delta > 1,2 \text{ nm}$ wird also die Lage der Meßpunkte mit hinreichender Genauigkeit durch (1) beschrieben.

Im Rahmen dieser Untersuchungen konnte auch die nach der Theorie zu erwartende Kontrastumkehr⁶ zwischen aufeinanderfolgenden Kurvenzweigen im Bereich der Phasenverschiebungen $\pm \pi/2$ experimentell an Strukturen mit Abständen bis herab zu $0,6 \text{ nm}$ nachgewiesen werden (Abb. 3, siehe Tafel S. 156 a).

Herrn Prof. Dr. F. LENZ, Tübingen, danke ich für eine Durchsicht des Manuskriptes.

⁴ O. SCHERZER, J. Appl. Phys. **20**, 20 [1949].

⁵ K.-J. HANSZEN, Z. Angew. Phys. **16**, 477 [1964].

⁶ Zum Beispiel: J. FAGET, M. FAGOT u. CH. FERT, Proc. European Regional Conf. Electron Microscopy, Delft 1960, Bd. 1, S. 18 und L. ALBERT, R. SCHNEIDER u. H. FISCHER, Z. Naturforsch. **19 a**, 1120 [1964].