

Abb. 1. Absorption von 2-Acetyl-Pyridin (—) und von 2-Methoxy-Pyridin (---). Bei letzterem sind die DEBYE-Kurven angegeben (· · · · ·), aus denen die Absorptionskurve zusammengesetzt ist.

und auch 3-Amino-Pyridin schließlich ist der Anteil von  $\mu_2$  am Gesamtmoment ganz besonders groß, wie der Vergleich mit Anilin zeigt. Gleichzeitig ist die Relaxationszeit  $\tau_2$  länger als für alle anderen Moleküle. Die Meßwerte geben keinen Hinweis darauf, daß hier nicht auch, wie bei Anilin und verwandten Molekülen, die Momentorientierung mit der Relaxationszeit  $\tau_2$  durch einen Klapp-Prozeß<sup>4</sup> erfolgt, der die mesomere Wechselwirkung zwischen aromatischem System und Amino-

gruppe zur Voraussetzung hat. Auf eine solche Wechselwirkung weist die Verschiebung der UV-Spektren dieser beiden Verbindungen gegenüber Pyridin hin<sup>5</sup>. Allerdings wird der Bindungszustand anders sein als bei Anilin, da dort die Momentkomponente senkrecht zur Bindungsrichtung — also der obere Grenzwert für  $\mu_2$  — zu 1,07 D abgeschätzt wurde, während hier  $\mu_2$  deutlich größer ist. 4-Amino-Pyridin konnte leider nicht gemessen werden, da es in Benzol unlöslich ist.

Eine Berechnung der Momente nach der ZAHN-Schen Formel aus Komponenten, wie sie für die untersuchten Gruppen an Benzolderivaten abgeleitet wurden, führt bei den 4-Derivaten des Pyridins zu ungefähre Übereinstimmung mit den Meßwerten, bei den 2-Derivaten aber zu großen Diskrepanzen, denn das berechnete Moment ergibt sich stets als zu hoch. Da das Moment des Pyridins vornehmlich durch die Elektronenverteilung im Ringsystem bestimmt ist, wird es sich stark unter dem Einfluß eines Substituenten ändern und so, besonders bei Substituenten in 2-Stellung, eine Momentberechnung aus Partialmomenten erschweren.

Herrn Prof. Dr. G. KLAGES danke ich sehr für die Anregung zu dieser Arbeit und für viele Diskussionen; der Deutschen Forschungsgemeinschaft für ihre Unterstützung durch Sachbeihilfen.

<sup>4</sup> E. FISCHER, Z. Naturforschg. **4a**, 707 [1949]. — H. KRAMER, Z. Naturforschg. **15a**, 66 [1960]. — P. KNOBLOCH, Z. Elektrochem., im Druck.

<sup>5</sup> LANDOLT-BÖRNSTEIN, Zahlenwerte und Funktionen. Bd. I, 3, Verlag Springer, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1951.

## Elektronenbeugung im konvergenten Bündel an gekühlten Präparaten mit dem Siemens Elmiskop I

H. RAITH

I. Physikalisches Institut der Technischen Universität Berlin  
(Z. Naturforschg. **20a**, 855—856 [1965]; eingegangen am 4. Mai 1965)

Die Beugung im konvergenten Bündel nach KOSSEL und MÖLLENSTEDT<sup>1</sup> ermöglicht neben einer Bestimmung der Kristalldicke im Rahmen der Zweistrahl-näherung auch die Messung von Struktur-faktoren<sup>2</sup>. Die Methode gestattet ferner die Aussagen der dynamischen Beugungstheorie im Zwei- und Mehrstrahlfall zu prüfen und ist insbesondere dazu geeignet, die in letzter Zeit eingehend diskutierten anomalen Absorptionseffekte<sup>3,4</sup> experimentell zu untersuchen. Es ist daher wünschenswert, derartige Untersuchungen auch in kommerziellen Elektronenmikroskopen durchführen zu können.

Zur Beugung im konvergenten Bündel muß sich das Präparat in einer Ebene befinden, in der sich ein möglichst kleiner Fokus einstellen läßt. Beim Elmiskop eignet sich dazu die hintere Brennebene des Objektivs, die sich jedoch innerhalb der Polschuhbohrung (2,6 mm  $\Phi$ ) befindet und deshalb schwer zugänglich ist. Erschwerend ist ferner, daß durch die erforderliche hohe Stromdichte in einem kleinen Gebiet eine schnelle Objektverschmutzung eintritt, die die Beugung an einem ausgewählten Objektbereich bereits nach wenigen Sekunden unmöglich macht, wenn nicht besondere Maßnahmen getroffen werden.

Zur Vermeidung derartiger Objektverschmutzungen gibt es im wesentlichen die folgenden Möglichkeiten<sup>5-7</sup>: a) Heizung des Objektes auf Temperaturen über 200 °C, b) Kühlung des Objektes unter -80 °C, c) Kühlung des Objektraumes (Umgebungs-kühlung). Die zuletzt genannte Möglichkeit ist wegen des Platzmangels im Objektivpolschuh nicht einfach zu realisieren, so daß nur die Methoden a) und b) oder eine Kombination von b) und c) zur Wahl stehen.

<sup>1</sup> W. KOSSEL u. G. MÖLLENSTEDT, Ann. Phys., Lpz. **5**, 36, 113 [1939].

<sup>2</sup> G. H. MACGILLAVRY, Physica **7**, 329 [1940].

<sup>3</sup> H. HASHIMOTO, A. HOWIE u. M. J. WHELAN, Proc. Roy. Soc., Lond. **269**, 80 [1962].

<sup>4</sup> H. BOERSCH, G. JESCHKE u. H. RAITH, Z. Phys. **181**, 436 [1964].

<sup>5</sup> A. E. ENNOS, Brit. J. Appl. Phys. **4**, 101 [1953]; **5**, 27 [1954].

<sup>6</sup> S. LEISEGANG, Proc. 3rd Intern. Conf. Electron Microscopy, London 1954, S. 184.

<sup>7</sup> H. G. HEIDE, Z. Angew. Phys. **15**, 116 [1963].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

GOODMAN und LEHMPFUHL<sup>8</sup> haben kürzlich eine Einrichtung für das Elmiskop beschrieben, die die Erwärmung [Methode a)] eines in der hinteren Brennebene des Objektivs befindlichen Präparates auf über 200 °C während der Beobachtung gestattet. Damit ließ sich eine Objektverschmutzung vermeiden, und es gelang, die Beugung im konvergenten Bündel an kleinsten Kristallen ( $> 300 \text{ \AA}$ ) vorzunehmen. Allerdings kann auf diese Weise nur an Präparaten entsprechender Temperaturbeständigkeit gebeugt werden.

Für die experimentelle Untersuchung der anomalen Absorptionseffekte ist eine Objektkühlung einer Objektheizung vorzuziehen, weil es sich gezeigt hat, daß die anomalen Absorptionseffekte mit zunehmender Temperatur in ihrer Stärke exponentiell abnehmen<sup>9-11</sup>. Eigentlich wäre eine Kühlung des Präparates auf die Temperatur des flüssigen Heliums anzustreben, die Realisierung scheitert bisher jedoch auch am Platzmangel im Objektivpolschuh. Eine dagegen leicht durchführbare Präparatkühlung mittels flüssiger Luft bei Verwendung der normalen Objektkühleinrichtung des Elmiskops schien insofern eine brauchbare Kompromißlösung zu sein.

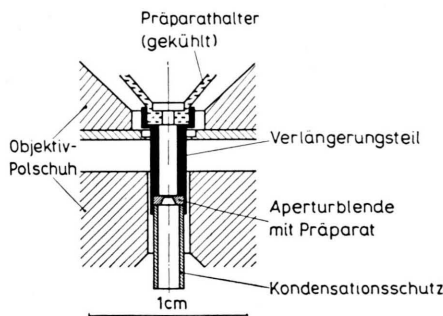


Abb. 1. Skizze zur Präparathalterung im Objektiv-Polschuh.

In der verwendeten Anordnung wurde an einen Präparathalter der Objektkühlpatrone ein Verlängerungsteil entsprechend Abb. 1 angesetzt, in dessen unterem Ende das Präparat auf einer Aperturblende und ein

Röhrchen als Kondensationsschutz [Kombination der Methoden b) und c)] eingeklemmt werden können. Das Präparat wurde in dieser Anordnung bei Kühlung mit flüssiger Luft kälter als  $-80^\circ\text{C}$ , da ein Abbau von Kollodium-Folien eintrat<sup>6</sup>. Sind für die Untersuchungen organische Trägerfolien erforderlich, so läßt sich mit Hilfe der Temperaturregelung an der Objektkühleinrichtung auch die kritische Temperatur von ca.  $-80^\circ\text{C}$  einstellen, bei der weder Verschmutzung noch Abbau eintritt. Die Kühlpatrone mit dem geänderten Präparathalter muß bei geöffneter Mikroskop-Säule in den Kreuztisch eingesetzt werden. Dabei ist mit Hilfe eines Ohmmeters zu kontrollieren, daß zwischen Kühlpatrone und Polschuh kein Kontakt besteht.

Zur Beugung wird der Kondensor I voll erregt und der Objektivstrom so eingestellt, daß der Fokus genau im Präparat liegt (alle anderen Linsen sind ausgeschaltet). Die genaue Einstellung ist durch Beobachtung der Schattenprojektion<sup>12</sup> des Objektes leicht möglich. Das Präparat läßt sich mit der Kreuztischverstellung um  $\pm 0,2 \text{ mm}$  seitlich verschieben. Die Größe und Richtung des Einfallskegels kann mit der Beleuchtungsblende in weiten Grenzen variiert werden. Das zu beobachtende Beugungsbild umfaßt einen Öffnungswinkel von  $6^\circ$ , so daß bei schräger Einstrahlung noch Beugungsreflexe unter  $12^\circ$  beobachtet werden können. Die stabile Präparathaltung im Objektkreuztisch gestattet Belichtungszeiten von mehreren Minuten.

Mit der hier beschriebenen Anordnung ist die Beugung im konvergenten Bündel an Kristallen ( $> 300 \text{ \AA}$ ) möglich. Wegen der Objektkühlung ist diese Anordnung für die Beugung an temperaturempfindlichen Präparaten (wie z. B. Blei) und für die Untersuchung der anomalen Absorptionseffekte besonders geeignet. Abb. 2\* zeigt die Beugung im konvergenten Bündel an einem Blei-Kristall in einer polykristallinen Aufdampfschicht. Der Abstand der Reflex-Nebenmaxima läßt auf eine Kristalldicke von ca.  $550 \text{ \AA}$  schließen. Untersuchungen über die anomale Absorption sind im Gange.

Herrn Professor Dr. H. BOERSCH danke ich sehr für wertvolle Hinweise. — Diese Arbeit wurde durch die Bereitstellung von ERP-Mitteln gefördert.

<sup>8</sup> P. GOODMAN u. G. LEHMPFUHL, Z. Naturforschg. **20 a**, 110 [1965].

<sup>9</sup> H. BOERSCH, O. BOSTANJOGLO u. H. NIEDRIG, Z. Phys. **180**, 407 [1964].

<sup>10</sup> H. HOWIE, Proc. Europ. Conf. Microscopy, Prag 1964, Vol. A, S. 377.

<sup>11</sup> O. BOSTANJOGLO u. H. NIEDRIG, Phys. Letters **13**, 23 [1964].

<sup>12</sup> H. BOERSCH, Z. Techn. Phys. **20**, 346 [1939].

\* Abb. 2 auf Tafel S. 856 a.

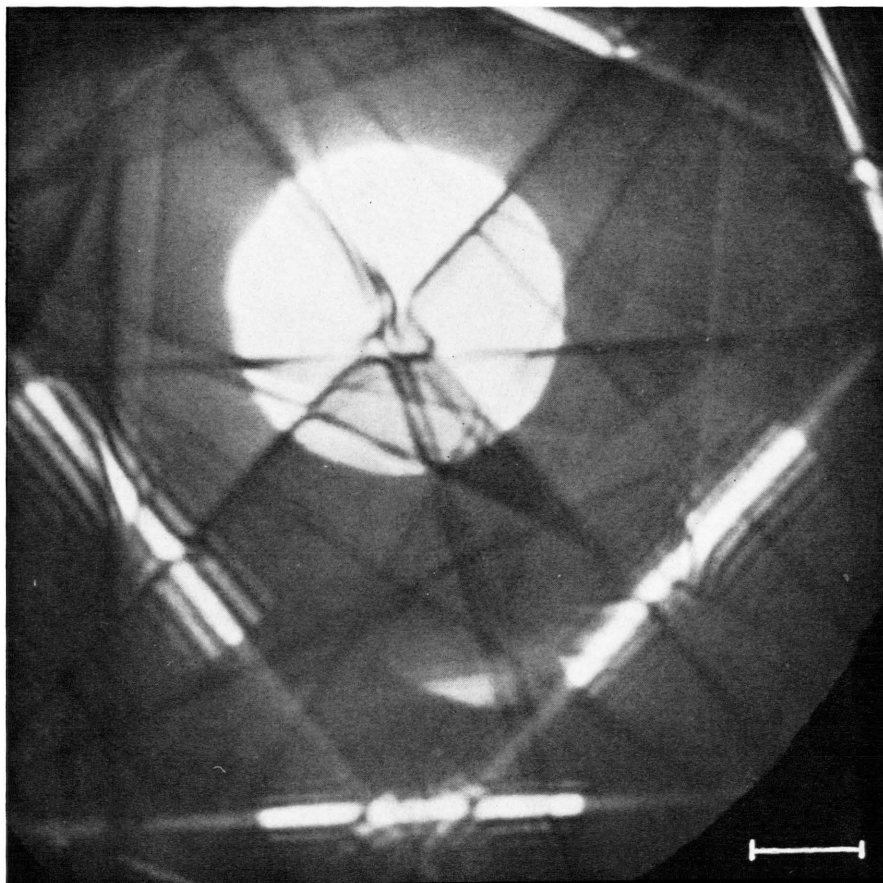


Abb. 2. Elektronenbeugung im konvergenten Bündel an einem Kristall einer Blei-Aufdampfschicht (Kristalldicke ca. 550 Å, 100 keV). Die eingezeichnete Strecke ist  $10^{-2}$  rad.

