

pen bilden gleichseitige Pyramiden, deren Achsen mit den C_t-C_m -Bindungsrichtungen zusammenfallen und sind zum Molekülgerüst so orientiert, daß die in der $-C \equiv \dots C_t-C_m$ -Ebene liegende $C-H$ -Bindung von der Richtung $C_t-\dots \equiv C-$ wegweist.

Abschließend wurden noch die Bindungslängen am tertiären C-Atom aus der von ZEIL, HAASE und DAKKOURI⁹ angegebenen Beziehung zwischen kovalentem Radius und Hybridisierungsparameter errechnet. Der Hybridisierungsparameter wurde aus den von COUL-

SON¹⁰ angegebenen Beziehung zwischen und den entsprechenden Bindungswinkeln erhalten. Es ergaben sich die Werte

$$1,492 \text{ \AA} \text{ für den Abstand } C_t-C \equiv \text{ und } \\ 1,528 \text{ \AA} \text{ für den Abstand } C_m-C_t.$$

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft, die uns die Elektronenbeugungsanlage als Leihgabe zur Verfügung gestellt hat, und dem Fonds der Chemischen Industrie für Unterstützung dieser Arbeit.

¹⁰ C. COULSON, Volume Commémoratif Victor Henry, Maison Desoer, Liège 1947.

⁹ W. ZEIL, J. HAASE u. M. DAKKOURI, Z. Naturforsch. **22 a**, 1644 [1967].

Optimalbedingungen für den Beugungsnachweis von Defokussierungsstrukturen in elektronenmikroskopischen Aufnahmen

L. REIMER, H. G. HEINE und R. AJEIAN

Physikalisches Institut der Universität Münster/Westf.

(Z. Naturforsch. **24 a**, 1846–1848 [1969]; eingeg. am 5. September 1969)

Nach THON¹ kann man die Defokussierungsstrukturen in Kohlefolien mit einer Fraunhoferschen Beugungsanordnung analysieren und die durch Phasenkontrast bevorzugt abgebildeten Objektperioden ermitteln. Bei der Beugung an Lorentz-mikroskopischen Aufnahmen fanden wir bei Defokussierungen Δz von einigen mm und 2000- bis 5000-fachen Vergrößerungen Beugungsringe, deren zugeordnete Perioden sich ebenfalls als Defokussierungsstrukturen erwiesen und den Betrag der Defokussierung zu messen gestatteten². Die für die Objektperioden Δ gültige Formel

$$\Delta = \frac{\lambda}{\sqrt{\frac{\Delta z}{C_0} \pm \sqrt{\frac{\Delta z^2}{C_0^2} + \frac{(2m-1)\lambda}{C_0}}}}; \\ m=0, \pm 1, \pm 2, \dots \quad (1)$$

geht für große Δz durch Taylor-Entwicklung der inneren Wurzel in

$$\Delta = \sqrt{-\frac{2\Delta z\lambda}{2m-1}} = \sqrt{\frac{2|\Delta z|\lambda}{2m'-1}}; \quad m'=1, 2, \dots \quad (2)$$

über. Um diese Strukturen bei hohen Defokussierungen näher zu untersuchen, wurden als Testobjekte mit einem ausgeprägten Periodenspektrum zwischen 10 und 50 nm Silberaufdampfschichten mit Inselstruktur benutzt. Abb. 1 zeigt ein Beugungsdiagramm mit zahlreichen Perioden bis zu hohen Ordnungen m . Bei hochauflösenden Aufnahmen (Thon) liegen die Objektperioden hoher Ordnung unterhalb des Auflösungsvermögens δ [s. Darstellung der Formel (1) in Abb. 2].

Sonderdruckanforderungen erbeten an Prof. Dr. L. REIMER, Physikalisches Institut der Universität Münster, D-4400 Münster (Westf.), Schloßplatz 7.

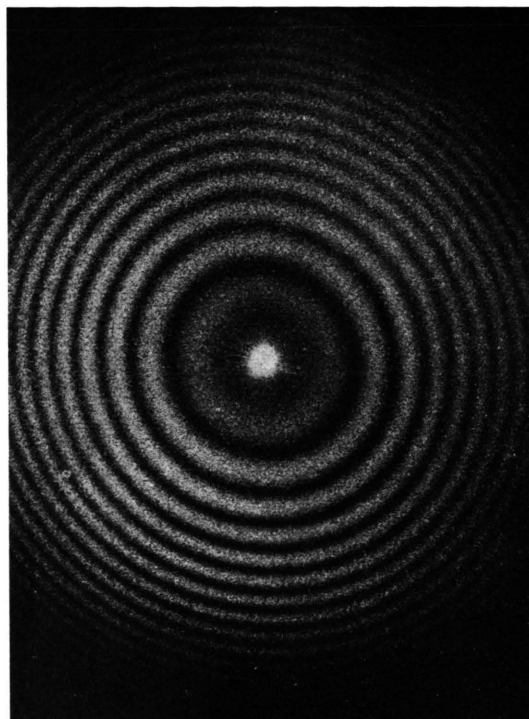


Abb. 1. Fraunhofersches Beugungsbild der elektronenmikroskopischen Aufnahme einer Ag-Aufdampfschicht ($V=3560$, $\Delta z=0,51$ mm).

Bei der Betrachtung von Abb. 1 erhebt sich die Frage nach der höchstmöglichen Zahl von Beugungsringen. Mit der Wellenlänge $\lambda_L=632,8$ nm der in der Beugungsapparatur benutzten He-Ne-Laserstrahlung und der Brennweite f der Fraunhoferschen Beugungslinse folgt ein Δ zugeordneter Radius r des Beugungsbildes

$$r=f(\lambda_L/\Delta V) \quad (3)$$

(ΔV =auf der elektronenmikroskopischen Aufnahme der Vergrößerung V vorliegende Periode). Einsetzen

¹ F. THON, Z. Naturforsch. **20 a**, 154 [1965]; **21 a**, 476 [1966].

² L. REIMER u. H. KAPPERT, Z. Angew. Physik **27**, 165 [1969].



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.

von (2) in (3) liefert für den Radius r_m der m' -ten Ordnung

$$r_m = \frac{f \lambda_L}{\sqrt{2} |\Delta z| \lambda} \sqrt{2 m' - 1}. \quad (4)$$

Durch das Auflösungsvermögen δ_{Ph} der Photoplatte (in unserem Fall $35 \mu\text{m}$) wird die kleinste erfaßbare Objektperiode bestimmt, welche analog (3) zu einem Maximalradius der Beugungsfigur

$$r_{\max} = f(\lambda_L / \delta_{Ph}) \quad (5)$$

führt. Man wird dann ein Maximum an Beugungsringen erhalten, wenn bei r_{\max} die Ringe so dicht wie möglich liegen. Diese Grenze wird durch die Winkeldivergenz $\varepsilon_L = 6 \cdot 10^{-4}$ rad der Laserstrahlung bestimmt, wenn für $\Delta m' = 1$ der kleinste zulässige Abstand der Ringe $\Delta r = f \varepsilon_L$ beträgt. Differenziert man (4) nach m' und setzt $\Delta r / \Delta m' \cong dr_m / dm'$, so ergibt die Auflösung nach m' mit (5)

$$m_{\max} = \frac{1}{2} \left(\frac{\lambda_L}{\delta_{Ph} \varepsilon_L} + 1 \right). \quad (6)$$

Mit den angegebenen Zahlenwerten folgt $m_{\max} = 15$. Diese Grenze ist in Abb. 1 praktisch erreicht. δ_{Ph} läßt sich mit feinkörnigeren Platten wegen des Diffusionshofes höchstens auf $20 \mu\text{m}$ verkleinern. Die Divergenz

ε_L ist durch den Strahldurchmesser an der Austrittsöffnung des Lasers begrenzt.

Um bestimmte Objektperioden optimal durch Fraunhofer-Beugung zu erfassen, müssen die elektronenoptische Vergrößerung V und die Defokussierung Δz richtig gewählt werden. Abb. 2 zeigt ein Nomogramm, welches dieses Optimum zu ermitteln gestattet. Neben der Kurvenschar $\Delta(\Delta z)$ aus (1) sind Geraden $\Delta V = \text{const} = 20, 30$ und $50 \mu\text{m}$ und $\Delta V = 1 \text{ mm}$ (Begrenzung durch ε_L) eingezeichnet. Geht man von einem Δ -Wert auf einer Horizontalen durch das Diagramm, so kann man nach oben die zulässige Vergrößerung V ablesen, wenn diese innerhalb des Geradenstückes zwischen den Extremwerten von ΔV liegt. Der Schnittpunkt mit den $\Delta(\Delta z)$ -Kurven liefert nach unten die erforderliche Defokussierung.

Eine endliche Bestrahlungsapertur α_B führt bei einer Defokussierung zur Verwaschung eines Bildpunktes. Faltet man eine sinusförmige Objektperiode mit einer Gaußschen Verteilung der Bestrahlungsapertur und läßt noch dadurch hervorgerufene Verminderungen der Intensitätsamplitude der Periode auf 10% zu, so ergeben sich die eingezeichneten Geraden, welche nicht unterschritten werden dürfen, um die entsprechenden Objektperioden noch abzubilden. An der Grenze des Auflösungsvermögens reicht daher eine Bestrahlungsapertur

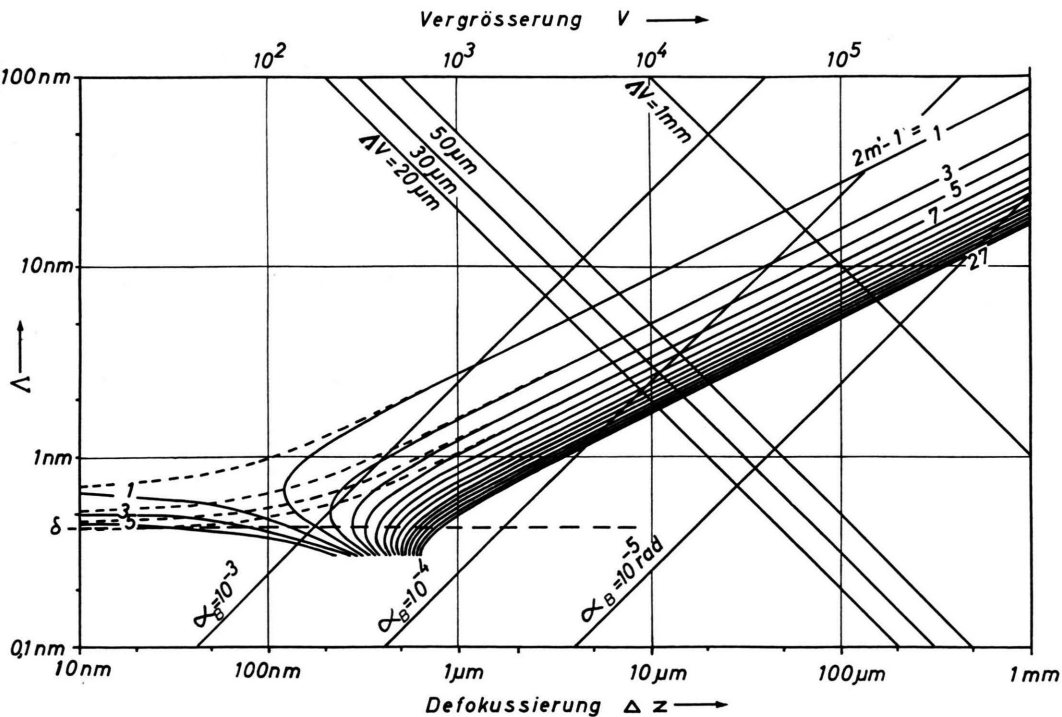


Abb. 2. Doppeltlogarithmische Darstellung der durch Phasenkontrast bei Defokussierung bevorzugt abgebildeten Objektperioden Δ als Funktion der Defokussierung Δz . Kurven $\Delta V = \text{const}$ zur Ermittlung der Vergrößerung V , damit ΔV in dem durch die Apertur der Laserstrahlung (1 mm) bzw. durch das Auflösungsvermögen der Photoplatte ($\delta_{Ph} = 20 - 50 \mu\text{m}$) bedingten Intervall liegt. Auf den Geraden $\alpha_B = \text{const}$ sinkt die Intensitätsamplitude der Perioden durch die entsprechende Bestrahlungsapertur α_B auf 10% ab.

von $\alpha_B = 10^{-3}$ aus, während für Defokussierungen größer als 1 mm Aperturen besser als 10^{-5} erforderlich sind; Bedingungen, die auch in der Lorentz-Mikroskopie eingehalten werden müssen.

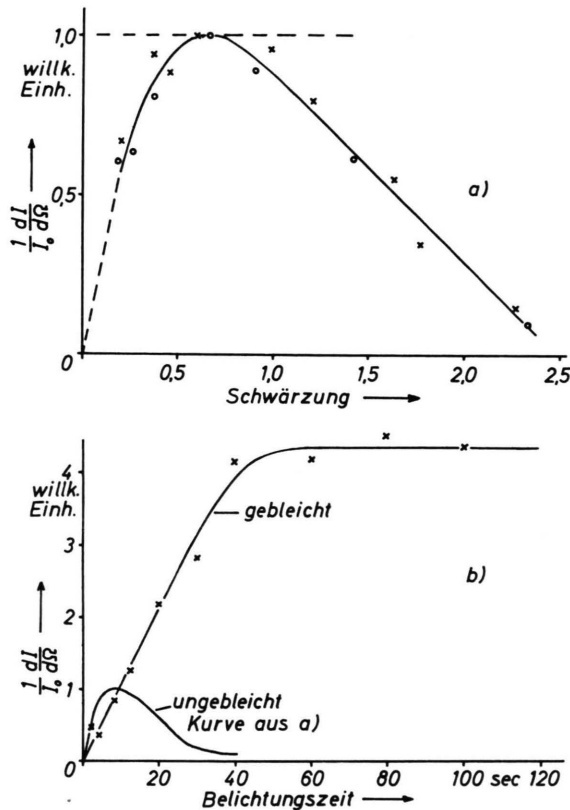


Abb. 3. a) Abhängigkeit der relativen Beugungsintensität von der Schwärzung der Photoplaten, b) Abhängigkeit von der Belichtungszeit nach Abschwächung der Platten.

Für die Sichtbarkeit von Beugungsstrukturen stellt sich auch die Frage nach der optimalen Schwärzung der Photoplatte. Die Intensität der Beugungsringe wurde mit einem Photomultiplier vermessen und liefert den in Abb. 3 a dargestellten Zusammenhang zwischen der relativen Intensität der Beugungsringe und der Schwärzung. Die Messung der Schwärzung erfolgte mit

sehr kleiner Apertur in der Fraunhoferschen Beugungsanordnung und liefert um 30% höhere Werte als mit Photometern konventioneller Bauart, die für das Maximum in Abb. 3 a $S = 0,5$ anzeigen. Die Ausbildung eines Maximums führt zu einem relativ breiten Belichtungsintervall, in dem Beugungsringe mit optimaler Intensität erhalten werden können. Bleicht man die Platten in einem Abschwächerbad, so werden bis zu 4-fache Beugungsintensitäten erhalten (Abb. 3 b). Die Intensitätsverteilung in einer ungebleichten Platte wird dabei in eine Phasenstruktur umgewandelt. Für die Praxis sind allerdings zur Erzeugung der Sättigung in Abb. 3 b relativ hohe Belichtungszeiten erforderlich.

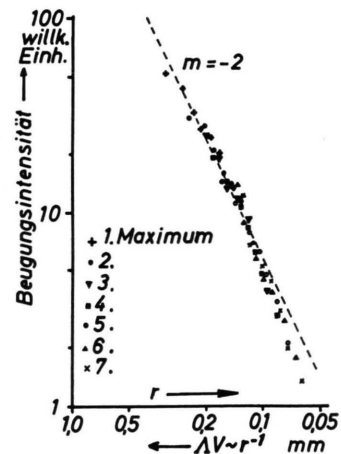


Abb. 4. Abnahme der relativen Intensität von Beugungsringen mit wachsendem Radius r in der Beugungsfigur (gestrichelt: Gerade mit Steigung $m = -2$).

Durch Variation der Vergrößerung bei konstant bleibender Defokussierung ist es möglich, die Lage eines Beugungsringes zu verschieben und die Abnahme der Maximalintensität mit wachsendem Beugungswinkel zu verfolgen (Abb. 4). Es ergibt sich ein Abfall proportional r^{-2} . Bei großem r biegt die Kurve infolge des Auflösungsvermögens δp_h der Photoplatte nach unten ab.

Mit Hilfe von Abb. 3 und 4 ist es möglich, quantitative Auswertungen von Beugungsdiagrammen durchzuführen, und das Objektperiodenspektrum eines Objektes zu ermitteln. Versuche hierzu sind in Vorbereitung.