

(Mitteilung aus dem Wernerwerk für Meßtechnik der Siemens & Halske AG)

# Ein hochauflösendes 100-kV-Elektronenmikroskop mit Kleinfelddurchstrahlung

Von E. Ruska und O. Wolff\*)

Mit 18 Abbildungen und 4 Tabellen

## Inhalt

A. Zusammenfassung	465
B. Begriffe und Einflußgrößen der elektronenmikroskopischen Auflösung	466
1. Bildgeometrie und Auflösung	466
2. Auflösung der photographischen Emulsion, Elektronenbildkontrast und förderliche elektronische Vergrößerung	467
3. Theoretische Auflösung, optimales Elektronenmikroskop und Einflußgrößen auf Kontrast und Auflösung	468
4. Praktische Auflösung und Routine-Auflösung	469
C. Entwicklungsziel, Betriebsarten und Aufbau des Elmiskops I	470
1. Entwicklungsziel und Betriebsarten	470
2. Zweistufiges Kondensorsystem als Feinstrahlkondensor	474
3. Dreistufiges Abbildungssystem und Einstellbereich der elektronischen Vergrößerung	475
D. Berechnung der theoretischen Auflösung	477
E. Mechanische und optische Maßnahmen zur Verbesserung der praktischen und der Routine-Auflösung	481
1. Verhindern von Bewegungen zwischen Objekt und Objektiv bei Erschütterungen der Mikroskopröhre	481
2. Ausrichten der Bestrahlung zur Objektivachse	482
3. Zentrieren des Bestrahlungssystems und Zentrieren des Abbildungssystems	483
4. Zulässiger Astigmatismus und praktische Auflösung	483
5. Aufbau des magnetischen Objektivs (Hülsenpolschuhsystem, mechanischer Streufeld-Stigmator und zentrierbare Apertur- blenden)	486
6. Helligkeit und Auflösung des elektronischen Endbilds und seiner Nachvergrößerung	488
F. Elektrische Maßnahmen zur Verbesserung der praktischen und der Routine-Auflösung	489
1. Magnetische Abschirmung der Mikroskopröhre	489
2. Geschirmtes Elektronenstrahlrohr mit Innenisolator	490
3. Erforderliche Konstanz von Beschleunigungsspannung und Linsenströmen	490
4. Die Hochspannungsanlage	491
5. Die Stromversorgung für die Linsenspulen	494
6. Feinheit der Stromeinstellung	498
7. Übersicht über die gesamte Linsenelektronik	499
8. Der Netzanschlußschrank	500
G. Bestimmung der praktischen Auflösung im Prüffeld	501
1. Herstellen geeigneter Testobjekte	501
2. Erforderliche Testaufnahmen	502
3. Elektronische Vergrößerung der Testpräparate	502
4. Auflösung der Emulsion und elektronische Vergrößerung	504
5. Auflösung der Testaufnahmen und Objektänderung	505

\*) Auszugsweise vorgetragen von E. RUSKA am 21. Juli 1954 anläßlich der Internationalen Konferenz über Elektronenmikroskopie in London. Dort wurde auch das erste serienmäßige Elmiskop I ausgestellt und im Betrieb vorgeführt, bevor es an das Cavendish-Laboratory in Cambridge geliefert wurde.

## A. Zusammenfassung

Von den verschiedenen geometrischen Definitionen der mikroskopischen Auflösung scheint für das Elektronenmikroskop die Punkttrennung aus praktischen Erwägungen heraus die brauchbarste zu sein.

Mit der Güte der Strahlenvereinigung muß die elektronische Vergrößerung beschleunigt anwachsen, da sich der Kontrast der immer kleiner werdenden Masseteilchen verringert und da die Schwärzung der photographischen Emulsion, selbst bei gleichmäßiger Bestrahlung (Licht oder Elektronen), wegen der Kornverteilung örtlich schwankt. Kontrast und Auflösung hängen von Einflußgrößen ab, die vom Mikroskop, seinem Aufstellungsort und seiner Bedienung herrühren. Für ein optimales Elektronenmikroskop, dessen praktische Auflösung ebenso gut sein muß wie seine theoretische Auflösung, müssen Mindestwerte dieser Einflußgrößen erreicht werden. Die Begriffe der praktischen Auflösung und der Routine-Auflösung werden in ihrem Zusammenhang erläutert.

Bei dem neuen 100-kV-Durchstrahlungsmikroskop Elmiskop I wurden die praktische und die Routine-Auflösung der theoretischen Auflösung besser als bisher angenähert. Außerdem sind die neueren Verfahren der Elektronenbeugung im Elektronenmikroskop berücksichtigt worden.

Durch zwei hintereinander liegende Kondensorlinsen kann der bestrahlte Objektbereich bis auf  $2\mu$  Durchmesser verkleinert werden. Das dreistufige Abbildungssystem ergibt feste elektronische Vergrößerungsstufen zwischen 200:1 und 160000:1, kontinuierlich läßt sich die Vergrößerung auf über 300000:1 steigern. Die theoretische Auflösung des Elmiskops I wird bei 100 kV zu  $0,28\mu$  errechnet.

Die zur Steigerung der praktischen Auflösung und der Routineauflösung getroffenen elektronen- und lichtoptischen, mechanischen und elektrischen Maßnahmen werden eingehend erläutert. Die Herstellung von Testobjekten und die im Prüffeld bei der Bestimmung der praktischen Auflösung befolgten Richtlinien werden beschrieben. Durch 200000fach elektronisch vergrößerte Mehrfachaufnahmen desselben Objektfeldes mit identischen Punkttrennungen von  $0,8\mu$  in verschiedenen Richtungen wird die zur Zeit erreichte Auflösung nachgewiesen.

## B. Begriffe und Einflußgrößen der elektronenmikroskopischen Auflösung

### 1. Bildgeometrie und Auflösung

Während sich Objektstrukturen im lichtmikroskopischen Bild durch unterschiedliche Helligkeit und Farbe vom Untergrund abheben können, gibt das elektronenmikroskopische Bild nur Helligkeitsunterschiede wieder, die bei der Durchstrahlung von nichtkristallinen Objekten der Verteilung der durchstrahlten Massendicke entsprechen (1), und die bei durchstrahlten kristallinen Objekten auch noch durch deren Lage modifiziert sind (2). Bei Reflexions- und Emissions-Elektronenmikroskopen sind die Helligkeitsunterschiede im Bild durch die örtlichen Unterschiede im Reflexions- und Emissionsvermögen der abgebildeten Oberflächen bedingt.

Zur quantitativen Angabe über die Abbildungsgüte eines Mikroskops dient der Begriff der Auflösung. Man versteht darunter den kleinsten im mikroskopischen Bild noch erkennbaren Abstand zweier durch die Objektstruktur bedingter Bildeinheiten, dividiert durch die Vergrößerung, d. h. also den Abstand der entsprechenden Strukturelemente im Objekt selbst. Je nach der Form der mikroskopischen Bildeinheiten unterscheidet man Punktauflösung  $\delta'$ , d. h. den Mittenabstand zweier noch getrennt wahrnehmbarer punktförmiger Objektelemente, oder Gitterauflösung  $\delta''$ , d. h. den Abstand zweier eng benachbarter strichförmiger Objektelemente. In Ermangelung von genügend eng beieinander liegenden Punkten oder Strichen kann man die Auflösung auch aus der Übergangsschärfe einer Kante bestimmen. Eine solche Angabe ist jedoch deshalb, weil man die Kantenschärfe durch



photographische Prozesse verändern kann, nicht so überzeugend wie eine Auflösungsangabe, die sich auf den Abstand zweier Schwärzungsmaxima oder -minima bezieht (3). Von diesen letzteren Auflösungen führt die Punktauflösung zu den größten, d. h. also schlechtesten Werten, da für das Auge — wohl infolge der punktförmigen Verteilung der Sehzentren über die Netzhaut — die Unterscheidung zweier Bildpunkte, verglichen mit der von zwei Linien gleichen Kontrasts, gegenüber dem Untergrund schwieriger ist (4). Die später mitgeteilten theoretischen und experimentellen Werte der Auflösung beziehen sich daher immer auf die Punktauflösung.

## 2. Auflösung der photographischen Emulsion, Elektronenbildkontrast und förderliche elektronische Vergrößerung

Photographische Platten und Filme zeigen auch im Falle einer über die Fläche hin gleichmäßigen Bestrahlungsintensität bei allen Strahlenarten nach der Entwicklung geringe örtliche Schwankungen der Schwärzung infolge der Verteilung der Silberkörner in der entwickelten Emulsion. Diese Verteilung ist zudem gegenüber der rein statistischen Verteilung der einzelnen Körner vergrößert, da es aus verschiedenen Gründen bei der Herstellung und bei der Entwicklung der Emulsion zur Bildung von Kornhaufen und damit auch zu entsprechend großen Kornfehlstellen kommt. Der mittlere Abstand von zwei solchen mehr oder weniger lichtdurchlässigen Stellen beträgt bei den meisten Emulsionen etwa  $30\mu$ . Diese durch Kornverteilung bedingten örtlichen Schwärzungsunterschiede sind innerhalb des ganzen Schwärzungsbereichs (Gradation) zu beobachten.

Um die elektronische, d. h. durch Verteilung der Elektronenstromdichte im Elektronenbild erreichte Auflösung von Strukturen bei der Aufnahme und Wiedergabe nicht zu verlieren, muß man die Objekte elektronisch so hoch vergrößern, daß alle elektronisch noch abgebildeten Struktureinheiten durch eine genügend große Anzahl von entwickelten Silberkörnern dargestellt werden. Man kann diese erforderliche elektronische Mindestvergrößerung in Analogie zu einem in der Lichtmikroskopie gebräuchlichen Ausdruck als „förderliche elektronische Vergrößerung“ bezeichnen. Ihr zugeordnet ist die Auflösungsstrecke  $\delta_P$  auf der photographischen Emulsion. Infolge der punktförmigen Verteilung der Silberkörner in der Emulsion hängt  $\delta_P$  — ebenso wie die Augenauflösung  $\delta_A$  — von der Form der abgebildeten Einzelheiten ab. Bei gleichem Schwärzungskontrast zwischen den Bildeinheiten und ihrer Umgebung ist auf der Emulsion zur Trennung von Punkten ein größerer Abstand zwischen ihnen erforderlich als zur Trennung von parallel verlaufenden Linien. Darüber hinaus sind sowohl  $\delta_A$  als auch  $\delta_P$  und entsprechend die förderliche elektronische Vergrößerung stark vom Kontrast der abgebildeten Einzelheit gegenüber ihrer Umgebung und damit auch vom Elektronendichtekontrast im Elektronenbild abhängig.

Objekteinheiten werden durch die meisten Arten von Elektronenmikroskopen — Feldemissionsmikroskope bilden hiervon eine Ausnahme — mit um so geringerem Elektronenstromdichte-Kontrast wiedergegeben, je kleiner sie sind. Insbesondere vermögen die sehr kleinen, im Durchstrahlungsmikroskop gerade noch getrennten Objektteilchen nur relativ wenige Elektronen aus dem abbildenden Strahl herauszustreuen, so daß sie sich — selbst bei idealer Strahlenvereinigung am Bildort — nur

durch eine geringe Intensitätsschwächung im Bild, d. h. mit nur geringem Kontrast gegenüber ihrer Umgebung, bemerkbar machen. Selbstverständlich müssen hierbei die Teilchen in allen Dimensionen, also auch in Richtung der optischen Achse kleiner werden, weil der Kontrast nur von dieser Abmessung abhängt.

Werden die abgebildeten Teilchen immer leichter oder ihre axialen Abmessungen immer kleiner, so wird die Schwächung der Elektronenintensität im Bild schließlich so gering, daß sie im Bereich der Schwärzungsschwankung liegt, die auch bei einer über die Fläche hin gleichmäßigen Bestrahlungsintensität infolge der Kornverteilung auftritt. In diesem Fall werden die Teilchen auch dann nicht mehr sichtbar, wenn die Güte der Strahlenvereinigung zu ihrer elektronischen Auflösung und die Vergrößerung des elektronenoptischen Systems zur Wiedergabe durch die Emulsion ausreicht (Kontrastgrenze der Auflösung) (4) (5). Ein Objektteilchen, dessen Elektronendichteschwankung nur zu wenig größeren Schwärzungsschwankungen führt, wie die durch Kornverteilung bedingten, wird erst erkennbar, wenn sein Bild zumindest merklich größer ist als der mittlere Abstand der durch die Kornverteilung bedingten Schwärzungsschwankungen. Bei den Versuchen, immer kleinere Teilchen im elektronenmikroskopischen Bild sichtbar zu machen, zwingt uns diese Kontrastabhängigkeit der Auflösung photographischer Emulsionen dazu, die elektronische Vergrößerung stärker zu erhöhen, als es mit Rücksicht auf die kleineren Teilchenabmessungen quer zur Strahlrichtung notwendig wäre. Zum einwandfreien Nachweis der Auflösung in Bildern mit derartig kontrastarmen Teilchen sollten daher die voneinander zu trennenden Bildeinzelheiten eine Größe oder einen gegenseitigen Abstand von etwa  $100 \mu$  haben. Eine Auflösung des Elektronenmikroskops von  $1 m\mu$  (oder  $0,5 m\mu$ ) erfordert dementsprechend auf den heute üblichen Emulsionen eine 100 000fache (oder eine 200 000fache) elektronische Vergrößerung.

### 3. Theoretische Auflösung, optimales Elektronenmikroskop und Einflußgrößen auf Kontrast und Auflösung

Wir verstehen unter „theoretischer Auflösung“ eines Elektronenmikroskops beliebiger Art diejenige Auflösung, die sich einerseits aus der Geschwindigkeits- und Richtungsverteilung der vom Objekt in das Objektiv eintretenden Elektronen, andererseits aus der Feldart, der Feldgeometrie sowie der räumlichen und zeitlichen Feldstärkenverteilung der Objektivlinse errechnet. Ihr Wert hängt daher — abgesehen von den Betriebsdaten des Elektronenmikroskops — u. a. davon ab, ob es sich um ein Durchstrahlungs-, Reflexions- oder Emissionsmikroskop handelt, ob das Gerät mit magnetischer oder elektrischer Objektivlinse arbeitet, und ob dieses Linsenfeld dreh-symmetrisch und zeitlich konstant ist oder nicht.

Soll ein „optimales Elektronenmikroskop“ erbaut werden, dessen praktisch erreichbare Auflösung ebenso gut wie seine theoretische Auflösung ist, so müssen durch Konstruktion und Fertigung des Geräts für einige seiner Eigenschaften Mindestwerte erreicht werden, die durch die theoretische Auflösung vorgeschrieben sind. Ferner ist bei der Aufstellung und Bedienung des optimalen Mikroskops eine Reihe weiterer durch die theoretische Auflösung vorgeschriebener Forderungen zu erfüllen.

In Tabelle 1 sind für Elektronenmikroskope mit dreh-symmetrischen Linsen von zeitlich konstanter Brechkraft die für Kontrast und Auflösung wichtigsten Einfluß-

größen zusammengestellt, die bei der Konstruktion des Geräts (linke Spalte) sowie bei seiner Aufstellung und Bedienung (rechte Spalte) zu beachten sind.

Tabelle 1.

Für den Kontrast und für die Auflösung wesentliche Einflußgrößen des Elektronenmikroskops, seines Aufstellungsorts und seiner Bedienung

Elektronenmikroskop	Aufstellungsort Bedienung
(1) Mechanische Dämpfung, insbesondere des Tisches gegen das Objektiv	Mechanische Bodenschwingungen
(2) Magnetische Abschirmung	Magnetische Störfelder
(3) Konstanz der Strahlspannung	Sauberkeit der Oberflächen von Elektroden und Isolatoren zur Vermeidung inkonstanter Strahl- und Ionisationsströme
(4) Konstanz der Spulenströme	Sauberkeit aller elektronenbestrahlten Oberflächen zur Vermeidung von Aufladungsfeldern
(5) Elektronische Maximalvergrößerung	Objekttrift gegenüber Objektisch
(6) Zentrierbarkeit des Bestrahlungssystems	Zentrierung von Strahlquelle und Bestrahlungsapertur zur Kondensorachse
(7) Zentrierbarkeit des Abbildungssystems	Zentrierung der Projektivlinse zur Objektivachse
(8) Ausrichtbarkeit der Bestrahlung zur Objektivachse	Ausrichtung der Bestrahlung zur Objektivachse
(9) Drehsymmetrie des Objektivfeldes	Einstellung des Stigmators und Zentrierung der Objektivapertur
(10) Feinheit der Objektivstromeinstellung	Einstellung des Objektivstroms
(11) Helligkeit und Auflösung der Lichtoptik zur Endbild-Scharfstellung	Scharfstellung der Lichtoptik auf den Endbild-Leuchtschirm
(12) Bestimmbarkeit der Expositionszeit	Bestimmung und Einhaltung der Expositionszeit

#### 4. Praktische Auflösung und Routine-Auflösung

Genügt das Elektronenmikroskop nicht allen von seiner Aufstellung unabhängigen Erfordernissen [(3) bis (10) der linken Spalte von Tabelle 1], um die theoretische Auflösung praktisch zu erreichen, so muß seine „praktische Auflösung“ schlechter sein, auch wenn bei seiner Aufstellung und Bedienung alle für die theoretische Auflösung erforderlichen Maßnahmen getroffen werden. Für ein solches „nicht optimales Elektronenmikroskop“ ermäßigen sich natürlich die Erfordernisse bei der Bedienung in dem Maße, in dem die praktische Auflösung gegenüber der theoretischen zurückgeblieben ist.

Da kein Benutzer eines optimalen oder nicht optimalen Elektronenmikroskops immer alle Bedienungsanforderungen für die praktische Auflösung zugleich erfüllen wird, so kann die durchschnittlich erzielte Auflösung, die „Routine-Auflösung“, je nach der tatsächlich aufgewandten Sorgfalt mehr oder weniger schlechter sein als die mit dem Gerät erzielbare praktische Auflösung. Eine nicht einwandfreie Aufstellung verschlechtert die Routine-Auflösung ebenfalls.

### C. Entwicklungsziel, Betriebsarten und Aufbau des Elmiskops I

#### 1. Entwicklungsziel und Betriebsarten

Die Entwicklung des Elmiskops I (Abb. 1 und 2) geht aus von den Erfahrungen mit den vorhergehenden Typen ÜM 100 (6) und verfolgte das Ziel, die praktische Auflösung besser als bisher der theoretischen Auflösung anzunähern und zugleich den Abstand zwischen der Routine-Auflösung und der verbesserten praktischen Auflösung zu verringern. Daneben sollten die auf der Elektronenbeugung beruhenden Verfahren noch mehr als bisher Berücksichtigung finden.

Das erste Ziel, ein Elektronenmikroskop höchster Auflösung zu entwickeln, und die in unserem Arbeitskreis schon früh gewonnene und seitdem durch Versuche immer wieder bestätigte Auffassung, daß photographische Emulsionen genügender Elektronenempfindlichkeit bei schwachem Elektronendichtekontrast nur eine sehr geringe Auflösung haben (4, 5), führte zu dem Entschluß, die maximale elektronische Vergrößerung des neuen Geräts bei 100 kV von 100 000:1 auf 160 000:1 zu erhöhen. Die zur Erzeugung eines genügend hellen Bildes erforderliche Erhöhung der Strahlstromdichte führt bei der üblichen Bestrahlung größerer Objektbereiche zu hohen Temperaturen und als Folge davon zu unerwünschten Veränderungen der Objekte (7). Daher sollten beide durch Kleinfeldbestrahlung möglichst herabgesetzt werden. Die innerhalb des kleinen Durchstrahlungsfeldes bei gleicher Temperaturerhöhung des entsprechenden Objektgebiets zulässige höhere Volumenleistung läßt aber jetzt auch ohne die Gefahr übermäßiger Objekterwärmung die Anwendung langsamerer Elektronen zu. Hierdurch werden in Bildern sehr dünner Objekte bei nur mäßig reduzierter Auflösung die Kontraste besser.

Der wegen des kleinen Durchstrahlungsfeldes wesentlich geringere Bildstrom ist auch noch deshalb für den Kontrast und die Bildschärfe vorteilhaft, weil die Aperturblende nur von sehr viel weniger am Objekt gestreuten oder gebeugten Elektronen getroffen wird. Dadurch verringert sich einerseits die Anzahl der an der Blende gestreuten Elektronen, die den Bildkontrast herabsetzen, andererseits verschmutzt die Blende erst nach längerer Betriebszeit, so daß der durch Aufladung der Blende bedingte Astigmatismus sich weniger störend bemerkbar macht. Man kann also auch aus diesem Grund längere Zeiten hindurch scharfe und kontrastreiche Bilder erhalten.

Der von anderer Seite (8) schon früher beschrittene Weg, das Objekt durch eine unmittelbar vor ihm liegende Feinstblende von  $6\mu$  Durchmesser zu bestrahlen, ist wegen der schnellen Verschmutzung so feiner Blenden praktisch schlecht durchführbar. Er hat weiterhin den Nachteil, daß das bestrahlte Objektfeld allenfalls durch eine komplizierte feinmechanische Konstruktion kontinuierlich, aber nur

bis zu einer nicht allzu kleinen Größe verringert werden könnte. Eine kontinuierliche Verringerung des bestrahlten Objektquerschnitts bis herunter zu  $2\mu$  Durchmesser wurde daher durch einen mit zwei Abbildungsstufen arbeitenden Kondensor erzielt, dessen erste Linse die Strahlquelle stark verkleinern kann, und dessen zweite Linse den verkleinerten Strahlquerschnitt auf die Objektebene abbildet. Diese Anordnung gestattet weiterhin, bei jeder Größe des Bestrahlungsfeldes die Helligkeit der Bestrahlung, also die Bestrahlungsapertur, durch zwei verschiedene Maßnahmen einzustellen. Einerseits können während des Betriebs im zweiten Kondensor drei verschieden weite, gegenüber dem Bestrahlungsfeld große Blenden ausgetauscht werden, andererseits kann zusätzlich der Strahlstrom verändert werden. Um kleinste Bereiche kristalliner Objekte zur Gewinnung von Beugungsdiagrammen zu bestrahlen, verwendete man schon früher Kondensorsysteme, welche die Strahlquelle einstufig (9, 11) bzw. zweistufig (10, 12) auf dem Objekt verkleinerten. Diese Anordnungen waren meist auch zur Gewinnung hochauflösender Beugungsdiagramme geeignet (10, 11, 12), da die durch die erste Linse verkleinerte Strahlquelle durch die zweite Verkleinerungslinse oder eine andere in Objektnähe befindliche Linse auf dem Leuchtschirm abgebildet werden konnte.

Bei den bisher bekanntgewordenen Anordnungen zur Durchstrahlung eines kleinen Objektbereichs konnte dieser nicht mit elektronenmikroskopischer, sondern nur — durch schattenmikroskopische Abbildung — mit allenfalls lichtmikroskopischer Auflösung bei merklicher Verzeichnung vergrößert werden, da hinter dem Objekt überhaupt kein (10, 12) oder kein geeignetes (11) Vergrößerungssystem vorhanden war. Das beim Elmiskop I hinter dem Objekt angeordnete Objektiv und die beiden weiteren Vergrößerungslinsen erlauben die hohe Vergrößerung des durchstrahlten kleinen Objektbereichs bei bester elektronenmikroskopischer Auflösung. Daneben ist auch die Aufnahme von hochaufgelösten Beugungsdiagrammen der Objekte bei beliebig großem durchstrahltem Bereich möglich, weil die durch die erste Kondensorlinse verkleinerte Strahlquelle durch die vor dem Objekt liegende zweite Kondensorlinse oder durch das hinter dem Objekt liegende Objektiv auf dem Schirm abgebildet werden kann (13).

Zur Vergrößerung verwenden wir das schon bei früheren Elektronenmikroskopen von Siemens & Halske verwirklichte dreistufige Abbildungssystem (6). Bei diesem ist wegen der genügend großen lichten Weite der Zwischen- und der Projektivlinse (14, 15) die Beobachtung und Aufnahme unverzeichneter Beugungsdiagramme bei ausgeschalteten Linsen möglich. Ferner sind die beiden ersten Vergrößerungsstufen zusammen kürzer als die letzte Stufe (16). Diese Anordnung hat es ermöglicht, gleichzeitig Beugungsdiagramme von zwei verschiedenen Präparaten zum Vergleich oder zur Eichung (17) in einfacher Weise (18) aufzunehmen.

Bei den älteren Geräten wurde die Brechkraft der Zwischenlinse gemeinsam mit der des Objektivs geregelt. Diese Anordnung (19) läßt eine einfache und genaue Vergrößerungsbestimmung zu, wenn die Lage des Objekts in Achsenrichtung sowie die Lage des zweiten Zwischenbildes in der Gegenstandsebene des Projektivs festliegt, da damit die Vergrößerung dieses Zwischenbildes gegeben ist. Die Anordnung führte außerdem zu einem vereinfachten Aufbau von Objektiv und Zwischenlinse und erspart die besondere Regeleinrichtung für die Zwischenlinse.

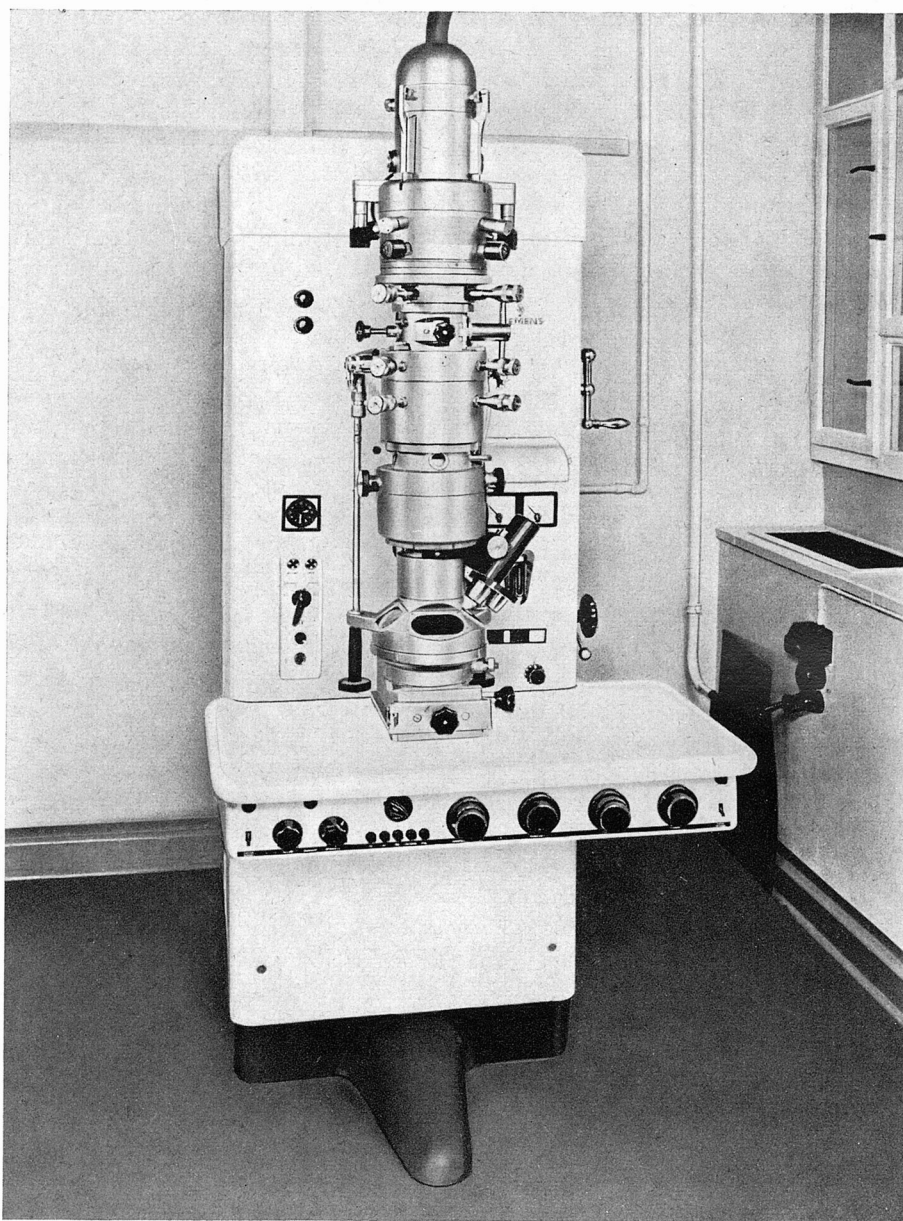


Abb. 1. Ansicht des Elmiskops I

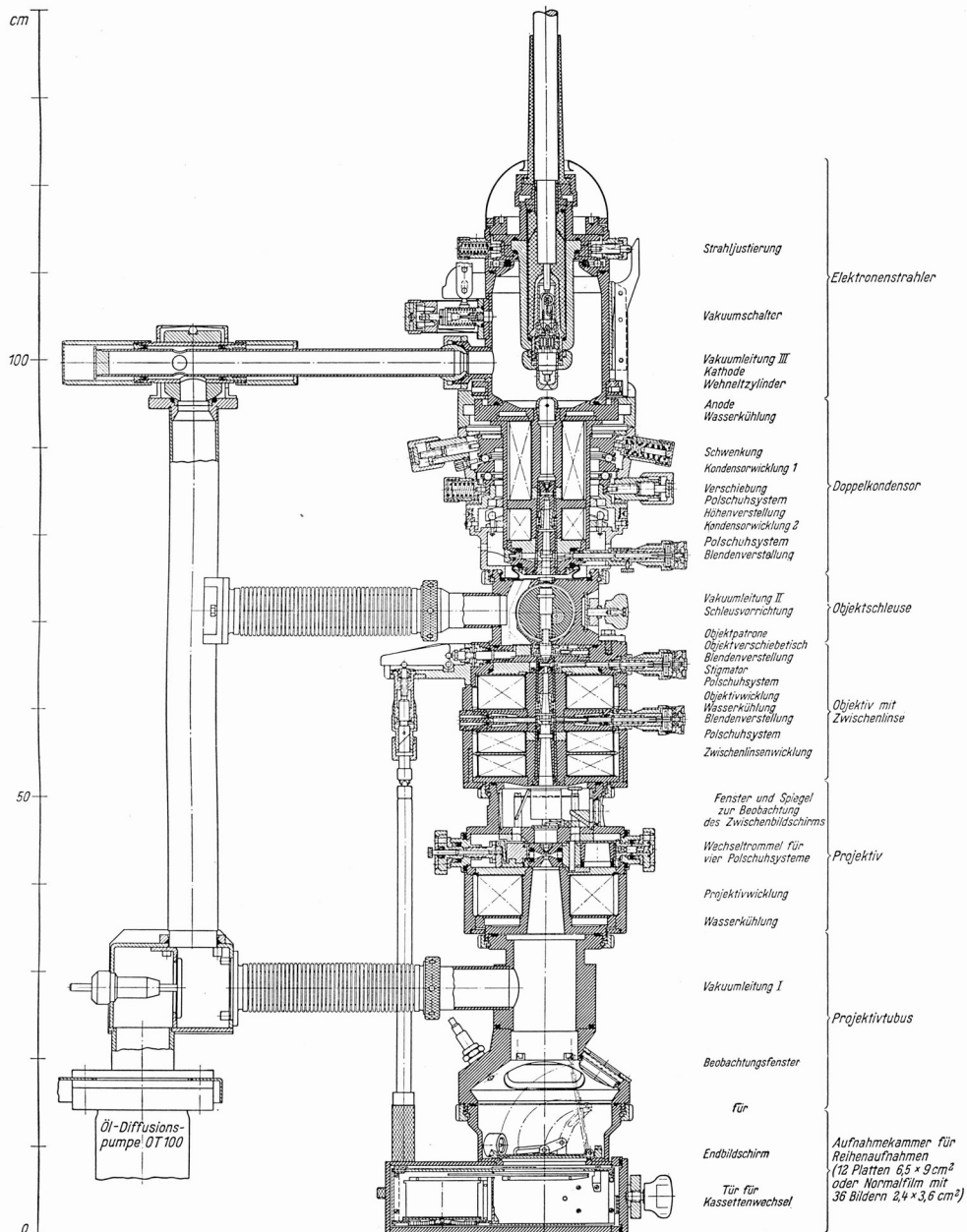


Abb. 2. Querschnitt durch die Mikroskopröhre



Bei dem neuen Gerät läßt sich die Brechkraft der Zwischenlinse sowohl gemeinsam mit der des Objektivs als auch unabhängig davon regeln. Dabei konnte auf ein besonderes Regelsystem deshalb verzichtet werden, weil für die Zwischenlinse in letzterem Fall das Regelsystem des ersten Kondensors benutzt wird. Es bleibt daher einerseits der Vorteil der einfachen Vergrößerungsbestimmung erhalten, andererseits ergeben sich bei Bestrahlung eines größeren Objektbereichs die folgenden zusätzlichen Möglichkeiten:

- I. Kontinuierliches Verändern der maximalen Vergrößerung ohne Verringerung der Endbildfläche durch
  - a) Vermindern der Vergrößerung durch Annähern des ersten vom Objektiv vor der Zwischenlinse erzeugten Zwischenbildes an das Objektiv (1),
  - b) Vermindern der Vergrößerung durch Verkleinern des vom Objektiv vor dem Projektiv erzeugten einstufigen Zwischenbildes durch Mitwirken der Zwischenlinse (1),
  - c) Erhöhen der Vergrößerung bei 80, 60 und 40 kV über den Normwert von 160 000 bei 100 kV hinaus durch Vergrößern der Brechkraft der Zwischenlinse über den bei gemeinsamer Erregung mit dem Objektiv gegebenen Wert hinaus.
- II. Beobachtung und Aufnahme von Hellfeldbildern und zugehörigen Beugungsdiagrammen von beliebigen Teilen des bestrahlten Objektfeldes. Zur Eingrenzung der Objektfläche, welcher die abgebeugten Elektronen entstammen, wird das vom Objektiv entworfene vergrößerte Zwischenbild bis auf die gewünschte Objektstelle ausgeblendet. Das ausgeblendete Hellfeld wird nach Weitervergrößerung durch Zwischenlinse und Projektiv auf dem Endbildschirm beobachtet. Nach Herabregeln der Brechkraft der Zwischenlinse wird das in der hinteren Brennebene des Objektivs vorhandene Beugungsbild des Objektes in einer Ebene vor dem Projektiv abgebildet (20) und anschließend vom Projektiv auf dem Endbildschirm vergrößert dargestellt (21, 22).
- III. Beobachtung und Aufnahme von Dunkelfeldbildern durch einzelne Bragg-Reflexe (23). Hierzu bildet man zunächst das in der hinteren Brennebene des Objektivs gelegene Beugungsdiagramm des Objektes ohne begrenzende Aperturblende mittels Zwischenlinse und Projektiv ab und sucht sich dann mit Hilfe der Aperturblende im Objektiv den gewünschten Beugungsreflex aus. Durch Erhöhung der Brechkraft der Zwischenlinse erhält man anschließend das durch den ausgeblendeten Reflex gezeichnete Dunkelfeldbild des gesamten Objektes (24). Auch dieses Verfahren läßt sich für kleine in dem ersten Zwischenbild ausgeblendete Objektbereiche durchführen.

## 2. Zweistufiges Kondensorsystem als Feinstrahlkondensor

Der „Feinstrahlkondensor“ besteht aus zwei hintereinanderliegenden, getrennt voneinander erregbaren eisengekapselten Magnetspulen mit je einem Polschuhsystem. Mit der ersten Linse kann der engste Strahlquerschnitt an der Kathode bis auf  $\frac{1}{50}$  verkleinert werden. Die zweite Linse bildet den verkleinerten Strahlquerschnitt mit etwa zweifacher Vergrößerung auf die Objektebene ab. Vor dem Feld der ersten Linse befindet sich eine zentriert eingesetzte Aperturblende von 0,6 mm Durch-



messer. Im Feld der zweiten Linse kann ein Schieber bewegt werden, in den drei einzelne Blenden, z. B. solche mit verschiedenen großen Löchern, eingelegt sind. Mittels des Blendenschiebers läßt sich die Bestrahlungsapertur durch Austauschen der verschiedenen weiten Blenden im Betrieb stufenweise verändern und das zum Objekt durchgelassene Elektronenbündel zur Kondensorlinse zentrieren. Im Gegensatz zu Anordnungen mit nur einer Kondensorlinse bleibt dabei der Strahlquerschnitt am Objekt, d. h. die Größe des durchstrahlten Objektfeldes, konstant. Ein einfacher magneto-mechanischer Stigmator, der die Feldsymmetrie der zweiten Kondensorlinse beeinflußt, sorgt dafür, daß das kleine Bestrahlungsfeld hinreichend rund gemacht werden kann.

### 3. Dreistufiges Abbildungssystem und Einstellbereich der elektronischen Vergrößerung

Die hohe elektronische Maximalvergrößerung erforderte eine Vergrößerungsänderung in weitem Umfang, da auch noch der lichtmikroskopische Vergrößerungsbereich umfaßt werden sollte.

Das Objektiv wird mit einer Brennweite  $f_{\text{Obj}} = 2,7 \text{ mm}$  und einer Aperturblende vom Durchmesser  $\varnothing_{\text{AB}} = 0,05 \text{ mm}$  betrieben, wenn die Präparate mit optimaler Auflösung abgebildet werden sollen. Man kann aber auch mit 2,5facher Brennweite ( $f_{\text{Obj}} \approx 6,8 \text{ mm}$ ) und Blendengröße ( $\varnothing_{\text{AB}} = 0,125 \text{ mm}$ ), also gleicher Objektivapertur  $\alpha_{\text{Obj}} = 0,009$  arbeiten. Bei dieser Betriebsweise wird die Aperturblende weniger intensiv bestrahlt, verschmutzt weniger leicht und führt daher weniger rasch zu astigmatischen Bildern, ferner lassen sich Blenden mit größeren Bohrungen leichter reinigen. Wegen der Brennweitenvergrößerung sinkt die elektronische Vergrößerung auf 40% ihres ursprünglichen Wertes.

Wird die Stromdurchflutung der Zwischenlinse zusammen mit der des Objektivs eingestellt, so ergibt sich bei einer Brennweite  $f_{\text{Zl}} = 5,6 \text{ mm}$  eine feste Vergrößerung des zweiten Zwischenbildes vor dem Projektiv von 640:1, wird die Zwischenlinse ausgeschaltet, eine solche von 80:1. Auf dem vor dem Projektiv gelegenen Zwischenbild-Leuchtschirm betragen die entsprechenden Vergrößerungen 500:1 bzw. 70:1.

Wenn die Durchflutung der Zwischenlinse unabhängig von der des Objektivs eingestellt wird, so kann durch Ausnutzung der maximal einstellbaren Brechkraft die Vergrößerung über den Normwert von 640 bei 100 kV hinaus gesteigert werden, und zwar bei 100 kV auf 700, bei 80 kV auf 830, bei 60 kV auf 870 und bei 40 kV auf 940.

Vermindert man die Durchflutung der Zwischenlinse, so kann man den Abbildungsmaßstab des Zwischenbildes und damit auch den des Endbildes ohne störende Zunahme der Verzeichnung verringern, und zwar bei Projektivsystem 1 kontinuierlich auf etwa den fünften Teil, bei den Projektivsystemen 2, 3 und 4 auf weniger als den zehnten Teil.

Die beiden vor dem Projektiv liegenden Vergrößerungsstufen können nun mit vier Vergrößerungsstufen des Projektivs kombiniert werden. Wie Abb. 3 zeigt, ist das Projektiv mit einer exzentrisch zur optischen Achse angeordneten Trommel ausgerüstet, mit der vier verschieden weite Polschuhsysteme unter Vakuum aus-

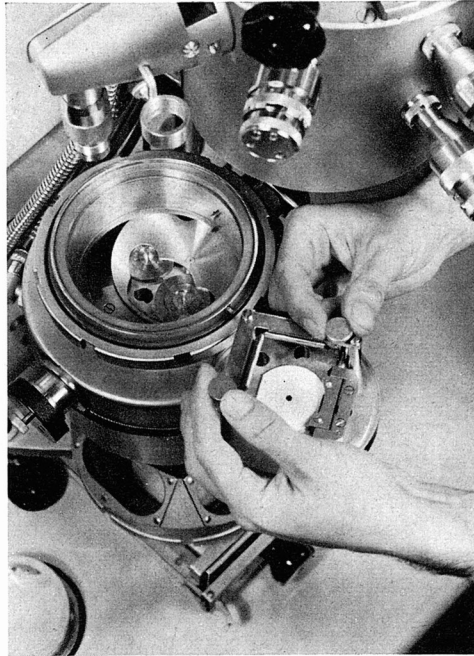


Abb. 3. Blick auf das Projektiv mit Wechseltrommel für vier Polschuhsysteme.

gewechselt werden können (25). Durch Drehen der Trommel lassen sich vier verschiedene Vergrößerungsbereiche einstellen. Das Polschuhsystem mit dem kleinsten Vergrößerungsbereich schafft dem vom Objekt ausgehenden Strahlenkegel zugleich einen für Beugungsaufnahmen genügend weiten Durchlaß. Auf dem Endbildschirm befindet sich zur Einstellung der „normalen“ Projektivvergrößerung ein Normkreis. Bei dieser Bildgrößeneinstellung betragen die Normvergrößerungen  $A_{3 \max}$  der vier Polschuhsysteme des Projektivs: 12,5:1 — 62,5:1 — 125:1 — 250:1, die zugehörigen Bildfeldblenden haben die Durchmesser: 6 mm — 1,5 mm — 0,75 mm — 0,38 mm.

Die normalen elektronischen Abbildungsmaßstäbe des Elmiskops I sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Ähnlich wie bei der unabhängig vom Objektiv erregten Zwischenlinse besteht auch beim Projektiv noch die Möglichkeit, bei den verschiedenen Spannungen die jeweils größte Brechkraft einzustellen. Gegenüber der durch den Endbild-Meßkreis festgelegten Normvergrößerung erreicht man dann, z. B. bei dem Polschuhsystem 4 mit der maximalen Vergrößerung, bei 100 kV noch eine Mehrvergrößerung von 9%, bei 80 kV von 30%, bei 60 kV von 34% und bei 40 kV eine solche von 46%. Die zugehörigen Abbildungsmaßstäbe sind in Tabelle 3 zusammengestellt.

Die Abbildungsmaßstäbe auf dem Endbild-Leuchtschirm sind um etwa 6% geringer als die in Tabelle 2 und 3 für die photographische Platte angegebenen Werte, da der Schirm einen etwas geringeren Abstand vom Projektiv hat als die Platte.

Tabelle 2.  
Normale elektronische Abbildungsmaßstäbe auf der photographischen Platte

Zwischenlinse			aus- geschaltet	gemeinsam mit	unabhängig von
Projektiv				dem Objektiv eingestellt	
	Polschuhsystem		feste Stufen		Bereiche
	Nr.	A <sub>3max</sub>	bei 40 — 60 — 80 — 100 kV		bei 100 kV
ausgeschaltet	1	—	200	2 000	200 bis 2 000
eingeschaltet	1	12,5	1 000	8 000	1 600 bis 8 000
„	2	62,5	5 000	40 000	4 000 bis 40 000
„	3	125	10 000	80 000	8 000 bis 80 000
„	4	250	20 000	160 000	16 000 bis 160 000

Tabelle 3.  
Maximale elektronische Abbildungsmaßstäbe auf der photographischen Platte  
bei maximaler Brechkraft des Projektivpolschuhsystems 4

Zwischenlinse	gemeinsam mit		unabhängig von
Strahl- spannung (kV)	dem Objektiv eingestellt		
100	175 000	180 000	
80	200 000	235 000	
60	215 000	280 000	
40	240 000	350 000	

D. Berechnung der theoretischen Auflösung

Nach GLASER (26) existiert für jedes Durchstrahlungsmikroskop mit einem dreh-symmetrischen und zeitlich konstanten elektrischen oder magnetischen Objektiv-linsenfeld eine optimale Objektivapertur von der Größe

$$\alpha_{\text{opt}} = A \cdot \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_0}}$$

(1)

und bei dieser Apertur ein günstigster Wert der theoretischen Auflösung von

$$\delta_{\text{th}} = B \cdot \sqrt[4]{\lambda^3 C_0}$$

(2)

(theoretische Auflösung  $\delta_{\text{th}}$ , Wellenlänge  $\lambda$  und Öffnungsfehlerkonstante  $C_0$  in gleichen Längeneinheiten).

Diese Gleichungen sind wellenmechanisch unter Berücksichtigung des Beugungs- und des Öffnungsfehlers abgeleitet, wobei Objektpunkte vorausgesetzt sind, die nach dem Lambertschen Gesetz strahlen. Beobachtet man dabei die Gaußsche Bildebene,

in der sich die paraxialen vom Objekt ausgehenden Strahlen schneiden, so ist  $A = 1,13$  und  $B = 0,56$  zu setzen (26). Neuerdings wurde jedoch darauf hingewiesen (27), daß die theoretische Auflösung in der Ebene kleinster Verwirrung (28), die man bei der visuellen Scharfstellung auf dem Bildschirm einstellt, besser als in der Gauß-Ebene ist. Für diesen Fall, den wir den folgenden Rechnungen zugrunde legen wollen, ist  $A = 1,4$  und  $B = 0,43$ . Damit beträgt die theoretische Auflösung nur 76%, die zugehörige optimale Apertur etwa 122% der entsprechenden Werte in der Gauß-Ebene.

Zur Berechnung der theoretischen Auflösung für die verschiedenen beim Elmiskop I einstellbaren Strahlspannungen müssen wir die Wellenlänge und die Öffnungsfehlerkonstante des Objektivs bestimmen. Die Wellenlänge  $\lambda$  ergibt sich aus der Beschleunigungsspannung  $U$  mit

$$U^* = U (1 + 10^{-6}U) \quad (3)$$

( $U^*$  und  $U$  in Volt)

$$\text{zu} \quad \lambda = \frac{1,23}{\sqrt{U^*}} \text{ m}\mu. \quad (4)$$

Die „Rechenspannung“  $U^*$  tritt in der Gleichung (4) an die Stelle der Beschleunigungsspannung  $U$ , damit diese einfachere nichtrelativistische Formel auch im relativistischen Bereich benutzt werden darf.

Für eine genaue Berechnung von  $C_G$  muß die Feldform und die Vergrößerung des Objektivs berücksichtigt werden:

Da im Elmiskop I das Objekt mittels einer Schleuse durch die Bohrung des vorderen Objektivpolschuhs hindurch in seine Betriebslage gebracht wird, hat dieser Polschuh eine größere Bohrung als der dahinterliegende zweite Polschuh. Der Feldverlauf entlang der Achse ist daher unsymmetrisch, bei seiner Ausmessung ergab sich eine objektseitige halbe Halbwertsbreite von 1,93 und eine bildseitige von 1,37 mm. Mit diesen Werten und der ebenfalls gemessenen größten Feldstärke auf der Achse  $B_0 = 10^4$  Gauß wurde der Öffnungsfehler für einige Vergrößerungen bestimmt (29). Der Öffnungsfehler des unsymmetrischen Feldes entspricht nach unseren Untersuchungen ziemlich genau dem eines symmetrischen Ersatzfeldes, dessen halbe Halbwertsbreite  $\bar{h}$  nahezu gleich dem arithmetischen Mittel aus den beiden halben Halbwertsbreiten  $h_1$  und  $h_2$  der unsymmetrischen Feldteile ist.

$$\bar{h} = \frac{h_1 + h_2}{2} \quad (5)$$

Die dimensionslose Linsenstärke des symmetrischen Ersatzfeldes ergibt sich dann zu

$$\bar{k}^2 = \frac{e}{8m_0} \frac{\bar{h}^2 B_0^2}{U^*} \quad (6)$$

Damit vereinfacht sich die Berechnung und Diskussion des Einflusses von Spannung und Induktion auf die Auflösung (26).

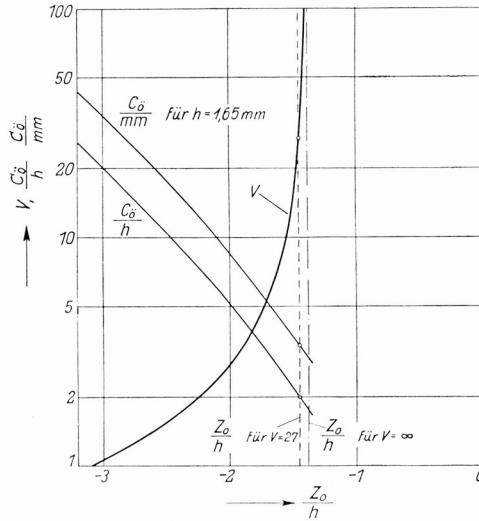


Abb. 4. Öffnungsfehler und Vergrößerung des symmetrischen Ersatzfeldes für das unsymmetrische Objektivfeld des Elmiskops I, abhängig von der Objektlage.

Der Öffnungsfehler des symmetrischen Ersatzfeldes wurde als Funktion der Objektlage und damit der Vergrößerung bestimmt (Abb.4). Die hierfür benötigten Daten des Objektivs lauten:

Maximales magnetisches Feld auf der Linsenachse . . .	$B_0 = 10\,000$ Gauß
halbe Halbwertsbreite des vorderen Feldes . . . . .	$h_1 = 1,9$ mm
halbe Halbwertsbreite des hinteren Feldes . . . . .	$h_2 = 1,4$ mm
halbe Halbwertsbreite des Ersatzfeldes . . . . .	$\bar{h} = 1,65$ mm
Linsenstärke des Ersatzfeldes . . . . .	$\bar{k}^2 = 0,56$
Brennweite . . . . .	$f = 2,7$ mm
Objektlage im Ersatzfeld bei 27facher Vergrößerung . .	$z_0 = 2,4$ mm
(Rechenwert)	

Nach der Gleichung

$$\frac{C_{\bar{o}}}{\bar{h}} = \left[ \frac{\pi}{4} \frac{\bar{k}^2}{(1 + \bar{k}^2)^{3/2}} - \frac{1}{4} \frac{4\bar{k}^2 - 3}{4\bar{k}^2 + 3} \cos\left(2\varphi_0 - \frac{\pi}{\sqrt{1 + \bar{k}^2}}\right) \sin \frac{\pi}{\sqrt{1 + \bar{k}^2}} \right] \frac{1}{\sin^4 \varphi_0} \quad (7)$$

$$\text{mit } \text{ctg } \varphi_0 = \frac{z_0}{\bar{h}} = \frac{1}{\sqrt{\frac{\pi}{\sin \frac{\pi}{\sqrt{1 + \bar{k}^2}}}}} + \text{ctg } \frac{\pi}{\sqrt{1 + \bar{k}^2}} \quad (8)$$

ergibt sich die Öffnungsfehlerkonstante des Ersatzfeldes und damit des Elmiskops-I-Objektivs für 27fache Vergrößerung zu

$$C_{\bar{o}_{27}} \approx 3,3 \text{ mm.} \quad (9)$$

Mit wachsender Entfernung des Objekts vom Objektiv bis zur Abbildung im Maßstab 1:1 vergrößert sich der Öffnungsfehler auf den Wert  $C_{\delta 1} = 4,2$  mm, d. h. auf den 14fachen Betrag des Wertes  $C_{\delta \infty} = 3$  mm bei unendlich hoher Vergrößerung.

Die Güte der Auflösung ergibt sich aus der Größe von Elektronenwellenlängen und Öffnungsfehler des Objektivs. Diese Werte sind bei einem Elektronenmikroskop außer durch die mechanischen Abmessungen durch die Betriebsdaten — Strahlspannung  $U$  und maximale Induktion  $B_0$  im Objektivlinsenspalt — gegeben. Für die Diskussion der Verhältnisse beim Elmiskop I führen wir zweckmäßig die Betriebsdaten in die Gleichungen ein. Man erhält für die optimale Apertur mit  $B_0$  in Gauß und  $U^*$  im Volt:

$$\alpha_{\text{opt}} = 0,0147 \sqrt[4]{\frac{B_0}{U^*}} \quad (10)$$

und für die theoretische Auflösung

$$\delta_{\text{th}} = \frac{50,2}{\sqrt[4]{U^* B_0}} \text{ m}\mu. \quad (11)$$

Im Strahlspannungsbereich des Elmiskops I ändert sich  $\alpha_{\text{opt}}$  wegen des durch die feste Objektlage gegebenen Zusammenhangs zwischen  $U$  und  $B_0$  und wegen der vierten Wurzel in der Bestimmungsgleichung (10) nur unerheblich. Zwischen  $8,1 \cdot 10^{-3}$  bei 100 kV und  $9 \cdot 10^{-3}$  bei 40 kV ergibt sich die mittlere optimale Apertur zu  $8,5 \cdot 10^{-3}$ .

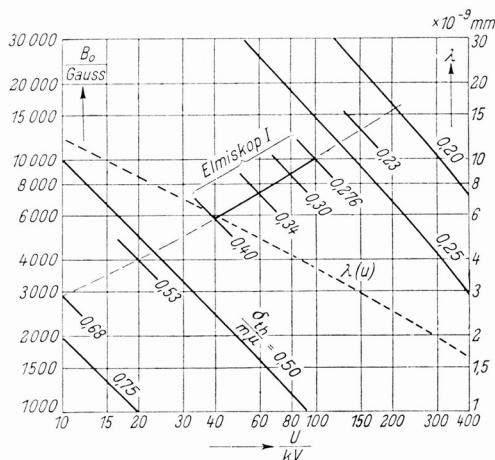


Abb. 5. Abhängigkeit der maximalen Linsenfeldstärke von der Strahlspannung für verschiedene Werte der theoretischen Auflösung und für die Betriebspunkte des Elmiskop-I-Objektivs.

Gleichung (11) für  $\delta_{\text{th}}$  ist in Abb. 5 zahlenmäßig ausgewertet. Für verschiedene Werte von  $\delta_{\text{th}}$  ist der Zusammenhang zwischen  $U$  und  $B_0$  im Objektiv durch Kurven erläutert. Ferner sind dort die „Betriebspunkte“ des Objektivs von Elmiskop I bei den vier einstellbaren Strahlspannungen eingezeichnet und durch eine Kurve verbunden. Bei  $U = 100$  kV ergibt sich  $\delta_{\text{th}} = 0,28$  m $\mu$ . Hierbei beträgt  $B_0 = 10$  kG.

Aus der Darstellung sieht man sofort, daß eine weitere Verbesserung von  $\delta_{th}$  mit einem erheblichen Aufwand erkaufte werden muß. Wenn man bei  $U = 100$  kV die Maximalinduktion auf etwa 20 kG oder bei  $B_0 = 10$  kG die Strahlspannung auf etwa 200 kV erhöht, also jeweils etwa verdoppelt, so erreicht man in beiden Fällen nur eine Verbesserung der Auflösung von  $0,28$   $m\mu$  auf  $0,23$   $m\mu$ , also gerade nur um 18%. Andererseits steigt  $\delta_{th}$  bei 40 kV bereits auf  $0,40$   $m\mu$ . Dieser verhältnismäßig starke Anstieg rührt daher, daß beim Übergang auf kleineres  $U$  auch  $B_0$  geringer werden muß, da die Objektlage beim Elmiskop I, wie bei den meisten Konstruktionen, fest gegeben ist. Ginge man mit  $U$  auf etwa 10 kV herunter, so würde  $\delta_{th}$  auf nahezu  $0,7$   $m\mu$  ansteigen. Der theoretischen Auflösung von  $0,28$   $m\mu$  bei 100 kV bzw. von  $0,4$   $m\mu$  bei 40 kV steht zur Zeit eine praktische Auflösung von  $0,8$   $m\mu$  bei 80 kV gegenüber.

Es sei nochmals betont, daß die in Tabelle 1 zusammengestellten Bedingungen für die praktische Auflösung nur bei äußerst sorgfältigem Arbeiten erfüllbar sind. Schwierigkeiten bereitet zur Zeit noch die Verschmutzung der Objekte und der AperturbLENden. Die Grenzleistung des Elmiskops I, eine praktische Auflösung von  $0,8$   $m\mu$ , kann daher nur von sehr sorgfältigen Experimentatoren und nicht mit Regelmäßigkeit erreicht werden. Dagegen lassen sich nach den bisher vorliegenden Erfahrungen die Bedingungen für die „Routine-Auflösung“ von  $1,5$   $m\mu$  noch relativ leicht einhalten.

Um die praktische Auflösung des neuen 100-kV-Geräts möglichst der theoretischen Auflösung anzunähern, wurden bei seiner Entwicklung und Konstruktion Verbesserungen für die in Tabelle 1 aufgeführten wichtigsten Einflußgrößen auf Kontrast und Auflösung angestrebt und durch die in den folgenden Abschnitten E bzw. F beschriebenen mechanischen und optischen bzw. elektrischen Maßnahmen erreicht.

## **E. Mechanische und optische Maßnahmen zur Verbesserung der praktischen und der Routine-Auflösung**

### **1. Verhindern von Bewegungen zwischen Objekt und Objektiv bei Erschütterungen der Mikroskopröhre**

Das Mikroskopstativ steht auf Gummifüßen, damit der Einfluß von Bodenschwingungen auf die Mikroskopröhre vermindert wird. Um keine Bodenschwingungen zu erregen, steht auch die rotierende Vorpumpe auf Gummifüßen.

Für die Objektstischverschiebung (Abb. 6) wurde das bisher bewährte Prinzip beibehalten. Die Tischplatte mit dem Aufnahmekonus für die Objektpatrone wird durch Federn auf die Stirnfläche des Objektivs gedrückt, damit bei Erschütterungen der Mikroskopröhre keine Bewegungen des Objekts gegenüber dem Objektiv entstehen können. Durch die getroffenen Maßnahmen wurde eine sehr große Unempfindlichkeit des Mikroskops gegen Bodenerschütterungen erreicht.

Die Verstellung des Tisches in zwei zueinander senkrechten Koordinaten erfolgt — unter Überwindung der dämpfenden Reibung zwischen Tisch und Objektiv — durch zwei handlich liegende Drehknöpfe über Feingewinde, untersetzende Kniehebel und Druckbolzen, die zur Ausschaltung des Totganges mit Rückstellfedern

versehen sind. Der Tisch selbst wird in jeder Koordinate durch einen federnden Rückstellbolzen, der auf der gegenüberliegenden Tischseite angreift, gegen den Druckbolzen gedrückt. Zur Geradföhrung wirkt einer der beiden Druckbolzen über ein Zwischenstück auf den Tisch ein, welches eine lange Begrenzungsfläche senkrecht zur Bewegungsrichtung des Druckbolzens und eine besonders genaue Föhrung in dieser Bewegungsrichtung hat. In der Tischplatte gelagerte Rollen, auf welche die Druck- und Rückstellbolzen einwirken, ermöglichen eine leichte, spielfreie Tischverstellung mit nur äußerst geringer Abweichung von der Geraden beim Hin- und Rückgang ( $< 0,05 \mu$ ) sowie bei sehr geringem Auslauf nach Beendigung des Antriebs ( $< 0,05 \mu$ ).

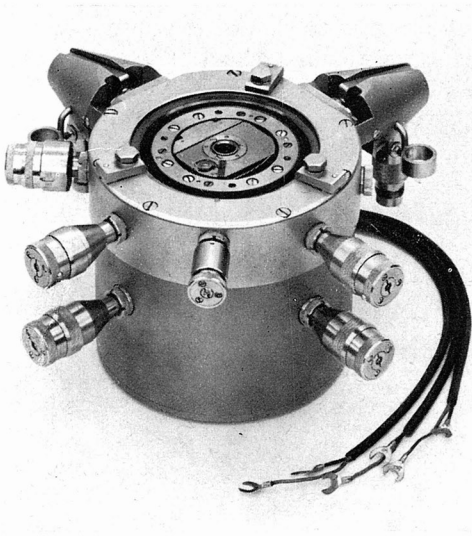


Abb. 6. Blick auf Objektiv und Objektisch sowie auf die Verstelltriebe für Tisch- und Blendenbewegung.

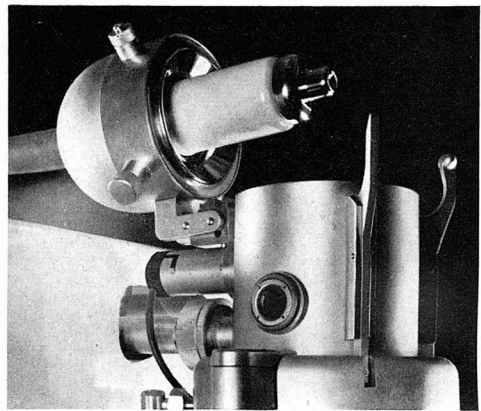


Abb. 7. Blick auf das geöffnete Elektronenstrahlrohr mit dem Kreuztisch für die Kathode.

## 2. Ausrichten der Bestrahlung zur Objektivachse

Der aus Elektronenstrahler und Feinstrahlkondensor bestehende Bestrahlungsteil (Abb. 7) kann mittels zweier Drehknöpfe in der zum Strahl senkrechten Ebene um  $\pm 1$  mm verschoben und mit zwei weiteren Trieben um das Objekt als Mittelpunkt um  $\pm 2^\circ$  geschwenkt werden. Infolge dieser allseitigen Verstellmöglichkeit kann der Elektronenstrahl rasch und übersichtlich zur Objektivachse ausgerichtet werden. Die Präzision der mechanischen Verschiebung und Schwenkung des Bestrahlungsapparates gegenüber dem Objekt wurde durch eine Föhrung verbessert, die sowohl eine Verschiebung des kleinen Beleuchtungsflecks innerhalb der Bohrung der Objektblende in zwei zueinander senkrechten Richtungen als auch die Schwenkung des



Elektronenstrahls (um das Objekt als Mittelpunkt) in zwei zueinander senkrechten Ebenen erzwingt.

### 3. Zentrieren des Bestrahlungssystems und Zentrieren des Abbildungssystems

Beim Arbeiten am Elektronenmikroskop ist es unbequem, wenn durch mangelhafte Zentrierung des Bestrahlungs- oder des Abbildungssystems bei der betrieblich erforderlichen Brechkraftänderung einer Linse der Elektronenstrahl durch einseitige Ablenkung dejustiert wird. Zur Verringerung dieser Dejustierung im Kondensor-system dient ein Kreutztisch zur Querverschiebung der Steuerelektrode und der Kathode gegenüber der Anode. Hierdurch kann der Strahl zur Achse der beiden hintereinanderliegenden Linsen des Feinstrahlkondensors weitgehend ausgerichtet werden. Bei hoher Nachvergrößerung von kleinen Elektronenbildern (z. B. von Beugungsdiagrammen) durch das Projektiv muß dessen Polschuhsystem genau zu dem kleinen Elektronenbild zentrierbar sein. Jedes der vier in einer exzentrischen Wechsellinse vereinigten Polschuhsysteme des Projektivs kann daher, wenn es in den Elektronenstrahlengang eingedreht ist, während der Bildbeobachtung durch Ausnutzung der Trommeldrehung und durch Querverschieben der Trommel mittels eines Triebs zur Achse des Objektiv- und Zwischenlinsensystems zentriert werden.

Bei der Konstruktion und Fertigung wurde angestrebt, die gemeinsame Eisenkapselung der beiden Kondensorlinsen und des Objektivs mit Zwischenlinse möglichst dreh-symmetrisch auszubilden. Beide Linsengehäuse sind auf ihrer gesamten axialen Länge innen konisch ausgedreht. Jeweils zwei der später noch beschriebenen außen konischen Hülsenpolschuh-Systeme werden unter Zwischenschaltung einer Spreizfeder in die gemeinsame konische Bohrung der beiden Linsengehäuse eingesetzt.

### 4. Zulässiger Astigmatismus und praktische Auflösung

Den zur Zeit wesentlichsten begrenzenden Einfluß auf die praktische Auflösung eines Elektronenmikroskops hat der axiale Astigmatismus, bedingt durch die Abweichung des Objektivlinsenfeldes von der Drehsymmetrie. Eine solche astigmatische Linse — die wir der Einfachheit halber als Öffnungsfehlerfrei voraussetzen — hat in zwei zueinander senkrechten, durch die optische Achse verlaufenden Ebenen verschieden große Brechkraft. Zwei ebene Strahlenbüschel, die von demselben Achsenpunkt ausgehen, aber in zwei zueinander senkrechten Ebenen verlaufen, werden im Bildraum nicht in einem, sondern in zwei verschiedenen Achsenpunkten vereinigt. Das von einem Achsenpunkt ausgehende räumliche Strahlenbündel wird entsprechend nicht in einem Bildpunkt, sondern nur in einem räumlichen Verwirrungsgebilde vereinigt, das sich zwischen zwei zueinander senkrechten, axial voneinander entfernten, durch die Achse gehenden Bildlinien aufbaut. Alle Strahlen des Bündels durchstoßen eine etwa in der Mitte zwischen beiden Bildlinien senkrecht zur Achse gelegene Ebene innerhalb eines „Bereichs kleinster Verwirrung“, der auch als „astigmatisches Fehlerscheibchen“ bezeichnet wird und die beste Abbildung des Dingpunktes darstellt. Die mit einer astigmatischen Linse erreichbare Auflösung

$\delta_{\text{Ast}}$  ist durch die Größe des astigmatischen Fehlerscheibchens gegeben und hat, da sie auf die Objektanmessungen bezogen wird, bestenfalls die Größe des durch die Vergrößerung dividierten, im Bild vorhandenen Scheibchenradius. Das astigmatische Fehlerscheibchen ist um so größer, je größer der gegenseitige Abstand und damit die Länge der beiden Bildlinien ist. Ein Maß für diese Entfernung und damit für den Astigmatismus ist die relative Änderung des Objektivstromes  $\frac{\Delta J_{\text{Ast}}}{J}$ , die „relative astigmatische Stromdifferenz“, die man einstellen muß, um in der Beobachtungsebene von der einen Bildlinie zur anderen überzugehen.

Ein aus genügend kleinen punktförmigen Masseteilchen bestehendes Objekt erscheint bei Abbildung durch eine astigmatische Linse in beiden astigmatischen Grenzeinstellungen als Strichschema, wobei die zugehörigen Strichrichtungen aufeinander senkrecht stehen. Bei der mittleren Einstellung wird das Objekt im Bild zwar als Punktschema wiedergegeben, jedoch nur mit der durch den Astigmatismus der Linse verschlechterten Auflösung.

Besonders gut kann man den axialen Astigmatismus an Bildern von Löchern in genügend dicken Folien beobachten. Infolge des Abbeugens der Elektronen an der Lochkante treten bei leichter Defokussierung des Bildes gut sichtbare Fresnelsche Beugungssäume den Lochrand entlang auf. Bei Unterfokussierung (zu kleinem Linsenstrom) ist der Rand des Folienloches von einem innerhalb des Lochs verlaufenden überhellen Beugungssaum begleitet. Bei genauer Fokussierung ist kein ausgeprägter Saum vorhanden. Bei Überfokussierung (zu großem Linsenstrom) geht die Folie über einen hell-dunklen Doppelsaum in das Loch über. Bei Abbildung mittels einer astigmatismusfreien, „stigmatischen“ Linse ist der Saum rund um das Loch völlig gleichmäßig. Bei Abbildung durch eine astigmatische Linse tritt bei Defokussierung ebenfalls ein Beugungssaum den Lochrand entlang auf, er ist aber nicht mehr gleichmäßig. Bei stärkerer Unterfokussierung tritt zunächst ebenfalls der helle Saum an der Innenseite des Lochrands auf. Verstärkt man den Linsenstrom, bis die erste, der Linse am nächsten liegende Bildlinie, d. h. der nach der Linse weisende Anfang des vorhin erläuterten Verwirrungsgebildes in der Beobachtungsebene abgebildet wird, so liegt die zweite, zur ersten senkrechte Bildlinie um die astigmatische Differenz jenseits der Beobachtungsebene. Dies wirkt sich im Bild so aus, daß die beiden in Richtung der ersten Bildlinie verlaufenden Abschnitte des Lochrandes scharf erscheinen, während die um  $90^\circ$  dagegen versetzten, sich in Richtung der zweiten Bildlinie erstreckenden Abschnitte des Lochrandes noch unterfokussiert sind, d. h. den hellen Innensaum aufweisen. Verstärkt man nun den Linsenstrom  $J$  um die astigmatische Stromdifferenz  $\Delta J_{\text{Ast}}$ , so wird die zweite Bildlinie in die Beobachtungsebene gerückt, während die erste in eine Ebene vor der Beobachtungsebene zu liegen kommt. Entsprechend sind jetzt die vorher scharf wiedergegebenen Abschnitte des Lochrandes überfokussiert, zeigen also den hell-dunklen Doppelsaum, während die vorher unterfokussierten Abschnitte in der Beobachtungsebene richtig fokussiert werden, der helle Innensaum also verschwindet.

Diese Erscheinung läßt sich zur Beobachtung und Korrektur des Astigmatismus ausnutzen, wenn die astigmatische Stromdifferenz  $\Delta J_{\text{Ast}}$  größer als die zum Hervorrufen von beobachtbaren Fresnelsäumen erforderliche Stromdifferenz  $\Delta J_{\text{Fr}}$  ist.

Die Größe der relativen astigmatischen Stromdifferenz  $\frac{\Delta J_{Ast}}{J}$  hängt über die Linsenkonstante  $k^2$  mit der durch das Astigmatismusbedingte Fehlerscheibchen allein begrenzten Auflösung  $\delta_{Ast}$  zusammen. Aus den Abbildungsgleichungen für das einfache Glockenfeld (29) läßt sich der Radius  $r_{Ast}$  des auf das Objekt bezogenen Bereichs kleinster Verwirrung (30) und die damit gleichgesetzte astigmatisch bedingte Auflösung  $\delta_{Ast}$  ausrechnen. Zur Ableitung der Gleichung wird die Änderung der Bildentfernung durch eine Stromänderung in der Objektivlinsenwicklung mit dem axialen Abstand der beiden astigmatischen Teilbilder gleichgesetzt. Es gilt, da durch die Beobachtung der volle Abstand zwischen den astigmatischen Teilbildern erfaßt wird,

$$\frac{\Delta J_{Ast}}{J} = \frac{2 (1 + \bar{k}^2)^{3/2} \cdot \delta_{Ast}}{\pi \bar{k}^2 \left(1 + \left(\frac{z_0}{\bar{h}}\right)^2\right) \alpha_{opt} \cdot \bar{h}}. \quad (12)$$

Nach Einsetzen der für das Ersatzobjektiv bei 100 kV geltenden Werte für  $\bar{h}$ ,  $\bar{k}^2$  und  $\alpha_{opt}$  erhalten wir die einer noch zugelassenen astigmatisch bedingten Auflösung des Elmiskop-I-Objektivs entsprechende relative astigmatische Stromdifferenz

$$\frac{\Delta J_{Ast}}{J} = 8 \cdot 10^{-5} \delta_{Ast}; \delta_{Ast} \text{ in } m\mu. \quad (13)$$

Läßt man z. B. eine nur astigmatisch bedingte Auflösung von der Größe der theoretischen Auflösung bei 100 kV zu, so darf die relative astigmatische Stromdifferenz nur

$$\frac{\Delta J_{Ast}}{J} = 8 \cdot 10^{-5} \cdot 0,28 = 2,2 \cdot 10^{-5}$$

betragen.

Soll aber der axiale Astigmatismus die Auflösung des Elektronenmikroskops nicht begrenzen, so muß sein Fehlerscheibchen merklich kleiner als das entsprechende  $\delta_{th}$  gemacht werden. Voraussetzung für eine so weitgehende Korrektur ist heute eine genügend gute Beobachtbarkeit der Ungleichheit der Fresnelschen Beugungssäume in zueinander senkrechten Richtungen. Als Grenze kann zur Zeit bei der Betrachtung der Ränder von Folienlöchern eine relative astigmatische Stromdifferenz von etwa  $3 \cdot 10^{-5}$  angesehen werden. Ein Wert von  $10^{-5}$  kann nur unter sehr günstigen Umständen gelegentlich erreicht werden. Hierbei spielt u. a. die Eignung des Prüfobjekts eine wesentliche Rolle. Inzwischen wurde gezeigt (27), daß man durch Messung der in der Größenordnung der Auflösung liegenden Streifenabstände und ihrer Ungleichheit den Wert der Auflösung, wenn auch noch nicht mit sehr großer Genauigkeit, bestimmen kann.

Der einwandfreie experimentelle Nachweis einer erreichten Auflösung wird immer schwieriger, je besser die nachzuweisende Auflösung ist. Da die heute erreichte Auflösung schon bei etwa  $0,8 m\mu$  liegt, dürften beim Nachweis einer noch weiter verbesserten Auflösung wachsende Schwierigkeiten in bezug auf das Objekt und im Hinblick auf die Korrektur des Astigmatismus zu überwinden sein.

## 5. Aufbau des magnetischen Objektivs

(Hülsenpolschuh-System, mechanischer Streufeld-Stigmator und zentrierbare Aperturblenden)

Der für eine genügend punktförmige (stigmatische) Abbildung erforderliche hohe Grad der Drehsymmetrie des magnetischen Objektivlinsenfeldes ließ sich bisher auch durch die sorgfältigste Formgebung der einzelnen Polschuhe und durch die bestmögliche magnetische Homogenisierung des Polschuhmaterials nicht erreichen.

Da trotz dieser Beschränkung eine bessere Rundheit der Objektivlinse erzielt werden sollte, erhielt das Polschuhsystem eine neue konstruktive Form (31) (Abb. 8). In eine außen konische, innen zylindrische ferromagnetische Hülse können die außen

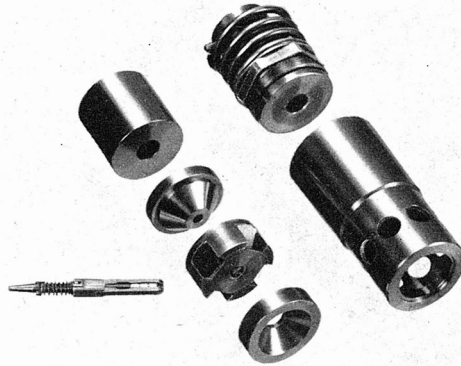


Abb. 8. Hülsen-Polschuhsystem für Objektiv mit Schieber für drei Aperturblenden.

zylindrischen Polstücke mit sehr geringer Toleranz unter beliebigem Azimut eingesetzt werden. Man kann hierbei die eigentlichen Polstücke zur Verbesserung des Linsensystems nach Maßgabe ihrer Drehsymmetrie aussuchen und systematisch gegeneinander und gegenüber der Hülse verdrehen, bis der Astigmatismus der zu justierenden Linse seinen Minimalwert erreicht. Auch das ganze Hülsenpolschuh-System kann zu diesem Zweck gegenüber der Eisenkapselung der Spule in eine optimale Stellung gedreht werden. Das neue System kann zur Reinigung leicht in seine Bestandteile zerlegt werden.

Um eine noch höhere Auflösung durch hinreichend punktförmige Abbildung im achsennahen Objektbereich zu erzielen, versahen wir das Objektiv mit einem magnetischen Stigmator (32, 33). Im Magnetfeld der Linsenspule befinden sich — diametral zur optischen Achse und um diese mittels eines Trieb drehbar — zwei zusätzliche Eisenmassen. Die Stärke ihrer Einwirkung auf das Linsenfeld kann durch einen zweiten mechanischen Trieb eingestellt werden. Man kann daher sowohl die Stärke als auch die Richtung einer Unrundheit des Linsenfeldes bezüglich ihrer Einwirkung auf die Elektronenbahnen (astigmatische Abbildung) unabhängig voneinander kompensieren. Für das Objektiv des Elmiskops I wurden zwei verschiedene Formen des Stigmatators erprobt. Bei der ersten Form (Abb. 9) wurde ein einziger

das Objektiv-Polschuhsystem in Höhe des Linsenspalts umfassender unmagnetischer Ring mit zwei diametralen Eisenteilen durch je einen Trieb in axialer Richtung verschoben, damit er in Bereiche verschieden starken Streufelds kommt, oder gedreht. Die zweite, endgültig ausgeführte Form (Abb. 10) besteht aus zwei Paaren von diametral zur Objektivachse liegenden Eisenteilen. Je zwei Eisenteile sind auf zwei konzentrischen unmagnetischen Ringen befestigt, die das Objektiv-Polschuhsystem in der Höhe des Linsenspalts umschließen. Diese Ringe sind während der Bildbeobachtung sowohl gegeneinander als auch miteinander um die gemeinsame (Objektiv-) Achse durch je einen Trieb verdrehbar.

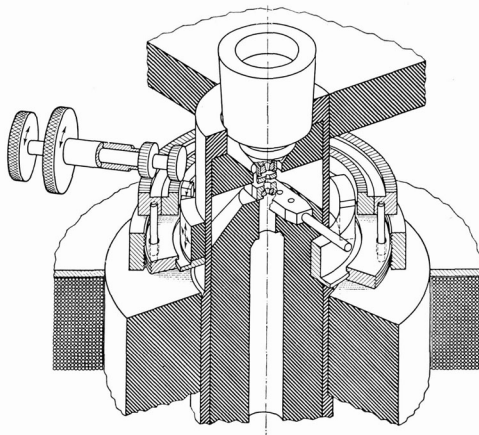


Abb. 9. Magnetischer Stigmator mit Schraubbringsystem im Streufeld.

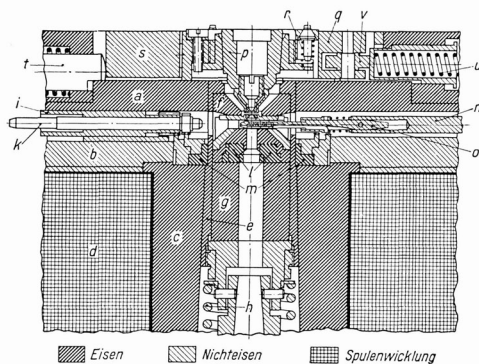


Abb. 10. Magnetischer Stigmator mit Doppelringsystem im Streufeld.

*a* Stirnplatte, *b* Spaltplatte, *c* Spulenhals, *d* Spulenwicklung, *e* Hülse, *f* erster Polschuh, *g* zweiter Polschuh, *h* Andrückfeder für Polschuhsystem, *i* Einsteller für Stigmator-Azimut, *k* Einsteller für Stigmator-Stärke, *l* Korrekturstücke, *m* Korrekturstücke, *n* Schieber zum Blendenwechsel, *o* Zunge für drei Platinblenden, *p* Objektpatrone, *q* Objektisch, *r* Andrückfeder für Objektisch, *s* Koordinatenführung, *t* Verstellbolzen für Tischbewegung, *u* Rückstellfeder für Tischbewegung, *v* Übertragungsrolle der Tischrückstellung

Die Aperturblenden überziehen sich unter der Einwirkung der intensiven Elektronenbestrahlung relativ schnell mit einer teilweise schlecht leitenden Oberflächenschicht und bewirken dann durch das unter dem Einfluß der Aufladung entstehende nicht dreh-symmetrische elektrische Feld eine astigmatische Abbildung. Es ist daher erstens erwünscht, eine unbrauchbar gewordene Blende während des Betriebs gegen eine neue, noch saubere auswechseln zu können. Zweitens ist es vorteilhaft, daß man verschieden große Aperturblenden rasch gegeneinander auswechseln kann, um den Bildkontrast der Objektbeschaffenheit besser anpassen zu können. Drittens sollte man alle Blenden rasch aus dem Strahlengang entfernen können, damit sich gewisse notwendige Kontrollen der Gerätjustierung vornehmen lassen. Viertens müssen die Blenden zur Reinigung rasch aus der Mikroskopröhre entnommen und wieder in diese eingesetzt werden können.

Zum Wechseln und zur Entnahme der Blenden dient die folgende Anordnung (Abb. 11): Ein drei einzelne Aperturblenden enthaltender Schieber kann im Feld-

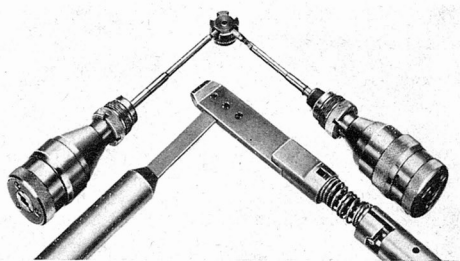


Abb. 11. Verstelltriebe mit Schieber zum Austausch von drei Aperturblenden.

spalt des Objektivs durch je zwei zueinander senkrecht wirkende, mit Meßtrommeln versehene Triebe quer zum Strahl bewegt werden, und zwar derart, daß der Blenden-schieber auch völlig aus dem Strahlengang entfernt werden kann. Es können daher einerseits sowohl drei verschiedene als auch drei gleich große Aperturblenden ohne Betriebsunterbrechung gegeneinander ausgetauscht und jeweils zur optischen Achse zentriert werden, andererseits kann aber auch das volle für Beugungsaufnahmen benötigte Strahlenbündel ungehindert Objektiv und Zwischenlinse durchsetzen. Zur Blendenreinigung wird der Trieb mit dem daran hängenden Schieber seitlich aus der Mikroskopröhre gezogen.

## 6. Helligkeit und Auflösung des elektronischen Endbilds und seiner Nachvergrößerung

Damit man das Elektronenbild hoher Auflösung innerhalb des kleinen Objektivstrom- und Bildschärfereiches mit genügender Sicherheit scharfstellen kann, muß die Änderung der Bildschärfe an feinsten Bildeinzelheiten genau beobachtbar sein. Hierzu dient ein gering vergrößerndes Lichtmikroskop mit großem freiem Objekt- abstand. Es soll die vom Leuchtschirm noch aufgelösten Bildeinzelheiten mindestens so weit vergrößern, daß sie vom Auge aufgelöst werden können. Leuchtschirm- und

Augenauflösung sind nach voneinander verschiedenen Funktionen sowohl von der Helligkeit des Bildes als auch vom Kontrast seiner Einzelheiten gegenüber der Umgebung abhängig. Die Vergrößerung des Lichtmikroskops sollte daher dem unter ungünstigen Umständen auftretenden größten Verhältnis der beiden Auflösungen entsprechen, wobei die Rücksicht auf die Größe des Sehfeldes in den Hintergrund treten muß. Die bei verschiedener Vergrößerung vorgenommene Beobachtung dunkler und kontrastarmer Bilder auf den heute verwendeten empfindlichen polykristallinen Leuchtschirmen hat gezeigt, daß eine 10- bis 20fache Vergrößerung von Vorteil ist. Die Öffnung des Objektivs kann so weit gemacht werden, daß selbst bei 20facher Vergrößerung sich die Flächenhelligkeit des betrachteten Leuchtschirmbilds noch nicht wesentlich vermindert. An die Auflösung des Lichtmikroskops werden keine besonders hohen Ansprüche gestellt. Die Auflösung der polykristallinen Leuchtschirme erreicht nämlich selbst für relativ kontrastreiche Einzelheiten in relativ hellen Bildern nur etwa  $70\ \mu$  (34) (35). Dieser Wert stimmt zufällig mit der Auflösung der photographischen Emulsion bei schwachen Bildkontrasten überein. Es muß daher die Mindestvergrößerung des Lichtmikroskops gleich der Mindestvergrößerung der elektronenbelichteten Platte sein. Bei dieser Vergrößerung muß die Platte entweder selbst betrachtet oder es muß von ihr eine entsprechend vergrößerte Kopie hergestellt werden. Im Interesse handlicher Abmessungen des Mikroskops begnügten wir uns mit einer 10fachen Vergrößerung. Bei der maximalen Normvergrößerung auf dem Leuchtschirm von etwa 160 000:1 erscheinen daher die durch das Lichtmikroskop scharf eingestellten Objekte 1 600 000fach vergrößert. Aus praktischen Erwägungen wurde das bei Ernst Leitz, Wetzlar, entwickelte und gebaute Lichtmikroskop mit einem Revolver für zwei Objektive eingerichtet, so daß außer der 10fachen Vergrößerung bei einem Gesichtsfelddurchmesser von 20 mm auch noch eine 3fache Vergrößerung bei einem Gesichtsfelddurchmesser von 65 mm möglich ist.

## F. Elektrische Maßnahmen zur Verbesserung der praktischen und der Routine-Auflösung

### 1. Magnetische Abschirmung der Mikroskopröhre

Die Erzeuger stärkerer, zu schwingenden und daher unscharfen Elektronenbildern führender, magnetischer Wechselfelder, wie Transformatoren, Drosseln und Widerstände, wurden aus dem Mikroskopstativ entfernt und in einem genügend weit davon aufgestellten Netzanschlußschrank untergebracht. Die im Weg des magnetischen Flusses durch die Eisenkapselung der Linsenspulen liegenden Stoß- und Verbindungsstellen bilden kleine Luftspalte, um die herum sich infolge der Stromdurchflutung ein erhöhtes magnetisches Gleichfeld ausbildet. Diese Streufelder dringen in anderen axialen Abschnitten der Mikroskopröhre durch die Eisenabschirmung hindurch ins Innere, wo sie quer zur optischen Achse schwache, zu Strahldejustierungen führende Magnetfelder erzeugen, wenn die abschirmenden Eisenmassen an dieser Stelle nicht streng drehsymmetrisch sind. Die Streufelder an den Spalten wurden durch Überlappungen oder durch festes Verschrauben der möglichst breit

und blank gehaltenen Stoßstellen verringert. An den Streuspalten ist auch die Abschirmung gegenüber magnetischen Störfeldern im Raum schlechter. Daher wird durch die geschilderten Maßnahmen zugleich die Abschirmung der Mikroskoprohre gegenüber den noch in geringem Maß vom Gerät herrührenden und den von anderen Quellen stammenden magnetischen Störfeldern verbessert. Aus dem gleichen Grund wurden auch die übrigen Spalte in der Eisenabschirmung der Mikroskoprohre — an den Verbindungsstellen ihrer Hauptteile — auf ähnliche Weise besser als bisher überbrückt. Insgesamt wurde erreicht, daß außerhalb der Mikroskoprohre in Objektnähe noch eine Störfeldstärke von 10 mOe bei der optimalen Auflösung von 1 m $\mu$  zulässig ist.

## 2. Geschirmtes Elektronenstrahlrohr mit Innenisolator

Bei den bisher häufig verwendeten Elektronenstrahlern mit in Luft liegenden negativen Elektroden tritt gelegentlich und insbesondere bei relativ hohem Staub- und Feuchtegehalt der Luft auch bei konstant geregelter Hochspannungsquelle eine Spannungsunruhe durch — wenn auch meistens sehr stromschwache — Sprüh- oder Stoßentladungen über die luftseitigen Isolatoroberflächen auf. Durch den Übergang auf ein allseitig geerdetes Strahlrohr, bei dem die negative Strahlspannung über ein geschirmtes Hochspannungskabel zugeführt wird, so daß keinerlei Luftisolationsstrecken mehr vorhanden sind, wurde die Spannungs Konstanz weiterhin verbessert. Die Gefahr, daß stoßartige Gasentladungen im Beschleunigungsraum auftreten, wurde durch eine zusätzliche Pumpleitung zum Elektronenstrahler vermindert. Abb. 7 zeigt das geöffnete Elektronenstrahlrohr mit den Übertragungshebeln für den Kreutzisch zur Kathodenverstellung.

## 3. Erforderliche Konstanz von Beschleunigungsspannung und Linsenströmen

Eine zeitliche Schwankung der Beschleunigungsspannung und der Linsenströme bewirkt, daß die Brennweite der Elektronenlinsen und damit die Fokussierung des Bildes entsprechend rasch schwankt. Damit die theoretische Auflösung erreicht werden kann, darf die Fokussierungsschwankung für sich allein nur zu einem „Inkonstanzfehlerscheibchen“ führen, das genügend klein gegenüber dem aus Beugungs- und Öffnungsfehler sich ergebenden, die theoretische Auflösung bestimmenden Fehlerscheibchen bleibt. Für die folgende Abschätzung sei der Einfachheit halber angenommen, daß die theoretische Auflösung sich nicht merklich verschlechtert, wenn der Radius des „Inkonstanzfehlerscheibchens“ nur einen genügend kleinen Bruchteil der theoretischen Auflösung ausmacht.

Nach GLASER (29) ist für schwankende Strahlspannung der Radius des Inkonstanzfehlerscheibchens gegeben durch Gleichung

$$\delta_{\text{Ink}(U)} = \alpha_{\text{opt}} \frac{\pi \bar{k}^2 \bar{h}}{2 (1 + \bar{k}^2)^{3/2}} \frac{1}{\sin^2 \varphi_0} \frac{\Delta U}{U}. \quad (14)$$

Bei schwankendem Linsenstrom ist diese Gleichung durch

$$\delta_{\text{Ink}(I)} = \alpha_{\text{opt}} \frac{\pi \bar{k}^2 \bar{h}}{(1 + \bar{k}^2)^{3/2}} \frac{1}{\sin^2 \varphi_0} \frac{\Delta I}{I} \quad (15)$$

zu ersetzen.



Aus den Gleichungen für die optimale Apertur und die theoretische Auflösung des Elektronenmikroskops nach Abschnitt D und einer Annahme über die zulässige Größe von  $\delta_{\text{Ink}}/\delta_{\text{th}}$  läßt sich eine Gleichung für die zulässigen Schwankungen von Beschleunigungsspannung und Linsenstrom ableiten. Mit den Daten des Objektivs vom Elmiskop I und der Annahme

$$\frac{\delta_{\text{Ink}}}{\delta_{\text{th}}} \leq \frac{1}{3}$$

ergibt sich danach mit  $\delta_{\text{th}}$  in  $\text{m}\mu$ ,  $B_0$  in Gauß und  $U^*$  in Volt

$$\frac{\Delta U}{U} = 2 \frac{\Delta I}{I} = \frac{1}{3} \cdot 1,92 \cdot 10^{-8} \delta_{\text{th}}^2 B_0 = 2,6 \cdot 10^{-5} \left( \frac{B_0}{U^*} \right)^{1/2}. \quad (16)$$

Beim Elmiskop I muß demnach bei 100 kV die Beschleunigungsspannung während der „Aufnahmezeit“ auf etwas weniger als  $10^{-5}$ , der Linsenstrom auf etwas weniger als  $5 \cdot 10^{-6}$  konstant gehalten werden, damit die theoretische Auflösung von  $0,28 \text{ m}\mu$  erreicht wird. Unter „Aufnahmezeit“ soll hierbei die Zeitspanne vom Beginn der letzten Überprüfung der Scharfstellung des endgültig festgelegten Bildausschnittes bis zum Ende der Belichtung der photographischen Platte verstanden sein.

#### 4. Die Hochspannungsanlage

Die Erfahrung hat gezeigt, daß die Erzeugung einer hohen Gleichspannung von z. B. 100 kV mit einer so geringen zeitlichen Schwankung, wie sie für eine gute praktische Auflösung erforderlich ist, mit zu den schwierigsten Aufgaben bei der Entwicklung eines Elektronenmikroskops gehört. Zu den rein elektrischen Anforderungen an die Güte der Regelschaltungen gesellt sich noch die Forderung nach möglichst geringem Gewicht, d. h. kleinen Abmessungen. Die kleinsten Abmessungen bei Hochspannungsgeräten werden mit der Verwendung von Mineralöl als Isoliermittel erzielt, wenn man nicht zu Konstruktionen mit hohem Gasüberdruck übergehen will. Das in der Hochspannungstechnik altbewährte Transformatorenöl wurde daher auch im vorliegenden Fall als Isoliermittel gewählt. Der Aufbau wurde unter sorgfältiger Beachtung der hochspannungstechnischen Konstruktionsprinzipien durchgeführt. Seine eingehende Schilderung würde den Rahmen dieser Arbeit überschreiten. Die Hochspannung wird auf folgende Weise erzeugt (vgl. Abb. 12):

Aus der Wechselspannung des elektrischen Versorgungsnetzes wird über einen Spartransformator  $\text{Tr}_1$  und einen Spannungs-Wahlschalter  $\text{S}_1$  der Hochspannungstransformator  $\text{Tr}_2$  gespeist, der sich im Hochspannungsgerät unter Öl befindet. Über die Hochspannungs-Selengleichrichter  $\text{Gl}_1$  und  $\text{Gl}_2$  werden abwechselnd die beiden Kondensatoren  $\text{C}_1$  und  $\text{C}_2$  aufgeladen, so daß zwischen den mit „+“ und „-“ bezeichneten Polen der Kondensatoren etwa die doppelte Scheitelspannung der Sekundärwicklung des Hochspannungstransformators herrscht. Diese Spannung wäre für den Betrieb eines Elektronenmikroskops zu wenig konstant, da sie noch eine Welligkeit hat, die vom Gleichrichtungsvorgang herrührt, und da sie noch mit der Amplitude der Netzspannung schwankt. Sie wird daher durch eine Regeleinrichtung in zwei Teile geteilt, von denen der eine die zum Mikroskopieren erforder-

liche Konstanz besitzt, während der andere mit den vollen Schwankungen der gleichgerichteten „Rohspannung“ behaftet ist. Parallel zu den beiden in Reihe geschalteten Kondensatoren  $C_1$  und  $C_2$  liegt ein Spannungsteiler, der aus dem Widerstand  $W_1$  und einer Spezial-Regeltriode T besteht. Die Spannung am Widerstand  $W_1$  soll konstant sein, während die Spannung an der Regeltriode alle Schwankungen aufnehmen soll. Hierzu ist in Reihe mit  $W_1$  noch ein gegenüber  $W_1$  kleiner Widerstand  $W_2$  erforderlich, an dem ein geringer Bruchteil der Hochspannung abfällt. Diese Span-

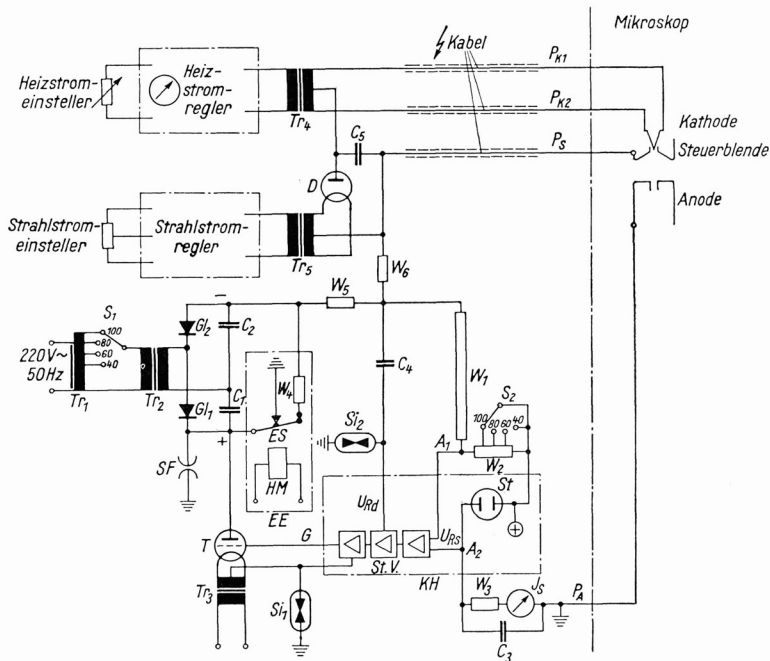


Abb. 12. Erzeugung der geregelten Elektronenbeschleunigungsspannung.

nung wird im Gleichgewichtszustand kompensiert durch die Spannung eines Stabilisators St, so daß zwischen den Punkten  $A_1$  und  $A_2$  in diesem Fall keine Spannung besteht. Der Punkt  $A_2$  ist der Pluspol der Hochspannungsquelle und befindet sich wegen des geringen Spannungsabfalles an  $W_3$  und dem Strahlstrom-Meßinstrument  $J_s$  nahezu auf Erdpotential, das zugleich Anodenpotential  $P_A$  ist. Entsteht infolge einer Änderung der Hochspannung an  $C_1$  und  $C_2$  eine stationäre Regelspannung  $U_{RS}$  zwischen den Punkten  $A_1$  und  $A_2$ , so verändert diese über einen in Abb. 12 nicht näher dargestellten Regelverstärker das Gitterpotential der Regeltriode und damit deren Widerstand. Dadurch ändert sich auch die Verteilung der Hochspannung auf  $W_1$  und T. Durch geeignete Wahl der Zahl der Steuerstufen wird erreicht, daß das Gitter der Triode negativer wird, wenn die Hochspannung ansteigen will. Durch richtige Dimensionierung des Regelverstärkers wird eine stabile Regelung erzielt, so daß die Spannung an der Triodenstrecke im gleichen Maße ansteigt wie die Hoch-

spannung. Die Spannung an  $W_1$  bleibt daher bis auf den sehr kleinen, zur Änderung des Gitterpotentials der Triode über den Regelverstärker erforderlichen Teil konstant. Die stationäre Regelspannung  $U_{Rs}$  zwischen den Punkten  $A_1$  und  $A_2$  kann gegenüber der Spannung an  $W_1$  vernachlässigt werden.

Da der Spannungsabfall an  $W_2$  stets der unveränderlichen Kompensationsspannung des Stabilisators entsprechen muß, hängt  $W_2$  von der gewählten Strahlspannung ab.  $W_2$  wird daher durch den Schalter  $S_2$  eingestellt, der gemeinsam mit dem Schalter  $S_1$  zur Auswahl der Anzapfungen des Spartransformators  $Tr_1$  betätigt wird.

Der Widerstand  $W_1$  ist sehr hochohmig und kann schnelle Änderungen der Hochspannung nicht phasen- und amplitudenrichtig übertragen. Die eben beschriebene stationäre Regelung arbeitet daher relativ langsam. Um schnelle Änderungen der Hochspannung auszuregulieren, ist der Kondensator  $C_4$  vorgesehen, der als Koppelkondensator auf einen zweiten Eingang des Regelverstärkers wirkt und die dynamische Regelspannung  $U_{Rd}$  in voller Höhe auf den Verstärker überträgt. Diese dynamische Regelspannung wird in den Steuerstufen mit der stationären Regelspannung  $U_{Rs}$  kombiniert und die Summe auf das Steuergitter der Regeltriode T gegeben. Auf diese Weise wird eine sehr stabile Regelung der Hochspannung erzielt, so daß, obwohl keine Siebkette vorhanden ist, die resultierende Welligkeit der Hochspannung weniger als 0,5 Volt Scheitelwert bei 100 kV Strahlspannung beträgt, d. h. kleiner als  $5 \cdot 10^{-6}$  des Nennwertes der Hochspannung ist.

In Abb. 12 sind noch weitere elektrische Elemente angedeutet, die zu einem sicheren und bequemen Betrieb des Elektronenmikroskops nötig sind. Zur Heizung der Mikroskopkathode ist der Heiz- und Isolierwandler  $Tr_4$  vorgesehen. Die Heizung der Kathode wird auf der Niederspannungsseite des Heizwandlers eingestellt. Der Strahlstrom ist durch den Emissionsstrom der Diode D gegeben. Auch der Emissionsstrom der Diode läßt sich auf der Niederspannungsseite des Diodenheizers  $Tr_5$  einstellen und wird durch eine Regelschaltung konstant gehalten. Der eingestellte und auf Konstanz geregelte Strahlstrom kann an dem Strahlstrommesser  $I_s$  abgelesen werden. Der Widerstand  $W_3$  und der Kondensator  $C_3$  dienen dem Schutz des Meßinstrumentes bei Entladungen im Mikroskop.

Abb. 13 zeigt schematisch die Einstellung des Strahlstroms auf den Schnittpunkt zweier Kennlinien. Durch die Geometrie des Strahlerzeugungssystems und durch die Strahlspannung ist für jede Strahlspannung  $U_1$ ,  $U_2$  usw. eine Kennlinie des Strahlstromes  $I$  als Funktion der Steuerblendenspannung  $U_{st}$  gegeben. Ähnlich ist für jeden Heizstrom  $I_{H_1}$ ,  $I_{H_2}$  usw. der Diode eine Kennlinie des Diodenstromes  $I_D$ , abhängig von der Diodenspannung  $U_D$ , gegeben. Auf Abb. 13 ist diese Kennlinie für den Heizstrom  $I_{H_3}$  vollständig gezeichnet. Sie schneidet die Strahlstromkennlinie in einem Punkte A, der somit der Betriebspunkt bei der gewählten Strahlspannung ist. Die Diode besitzt eine Wolframkathode und arbeitet praktisch im Sättigungsgebiet, so daß die Spannung  $-U_{st}$  zwischen Steuerblende und Kathode des Mikroskops gleich der Sättigungsspannung  $U_D$  der Diode ist. Durch die Einstellung der Diodenheizung wird somit ein bestimmter Strahlstrom  $I = I_D$  bei einer Steuerblendenspannung  $-U_{st} = U_D$  eingestellt.

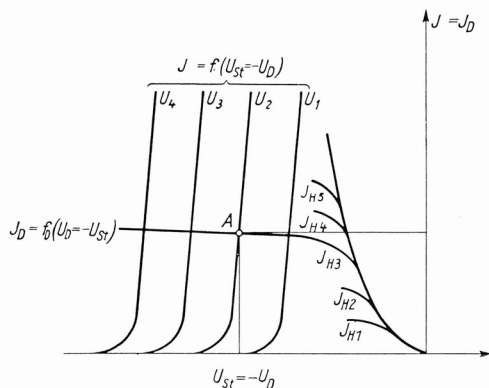


Abb. 13. Kennlinienfeld von Strahlstrom und Steuerspannung bei verschiedener Diodenheizung und Strahlspannung.

Zur Begrenzung der Ströme bei gelegentlichen Überschlügen im Entladungsraum des Mikroskops dienen zwei weitere Dämpfungswiderstände  $W_5$  und  $W_6$ . Durch eine besondere, in Abb. 12 nicht dargestellte, zeitabhängige Überwachungsschaltung im Konstanthalter wird bei länger dauernden Überschlügen, wie sie z. B. durch schlechtes Vakuum hervorgerufen werden, nach einigen Sekunden die Hochspannung automatisch abgeschaltet. Bei den Schaltvorgängen, die durch Ein- und Ausschalten oder durch Steuer- und Regelvorgänge bewirkt werden, können zwischen manchen Punkten der Schaltung plötzliche Spannungserhöhungen auftreten. Damit diese ein zulässiges Maß nicht überschreiten, sind besondere Sicherungen vorgesehen. Die Anode der Triode ist durch eine Schutzfunkenstrecke SF gegen zu hohe Spannungen gesichert. Der Kathodenkreis der Triode und der erdseitige Pol des Kondensators  $C_4$  sind ebenfalls durch Glimmsicherungen  $Si_1$  bzw.  $Si_2$  gegen Überspannungen geschützt. Dem gleichen Zweck dient der Kondensator  $C_5$  zur Überbrückung und zum Überspannungsschutz der Strahlstromdiode D.

Um die Mikroskopkathode spannungslos machen zu können, hat man eine besondere Erdungseinrichtung EE vorgesehen, durch welche die beide Kondensatoren  $C_1$  und  $C_2$  entladen werden können. Zur Strombegrenzung beim Entladen ist der Dämpfungswiderstand  $W_4$  vorgesehen. Der Erdungsschalter ES wird durch einen Hubmagneten HM betätigt.

## 5. Die Stromversorgung für die Linsenspulen

Im Abschnitt F 3 wurde dargelegt, wie groß die Schwankungen der Strahlspannung und des Objektivlinsenstroms höchstens sein dürfen, wenn die theoretische Auflösung nicht gefährdet werden soll. Die relative Schwankung des Objektivstromes darf demnach nur halb so groß wie die der Strahlspannung sein. Diese höhere Anforderung an die Konstanz des Objektivstromes wird jedoch von der elektronischen Regelschaltung, die für diese Konstanz sorgt, mit mindestens der gleichen Sicherheit bewältigt wie die Regelung bei der Hochspannung. Die hohe Anforderung an die

Stromkonstanz besteht nur beim Objektiv. Beim Kondensor und beim Projektiv sind die zulässigen Stromschwankungen um rund zwei bzw. eine Zehnerpotenz höher. Es genügt daher, die Regelung für den Objektivstrom zu erläutern, da die Regelschaltungen für die anderen Linsenstromkreise einfacher aufgebaut sind.

Zur Speisung sämtlicher Linsenwicklungen ist ein geregeltes Netzgerät vorgesehen, das eine Gleichstromleistung von 550 Watt ( $500 \text{ Volt} \cdot 1,1 \text{ Amp.}$ ) abzugeben in der

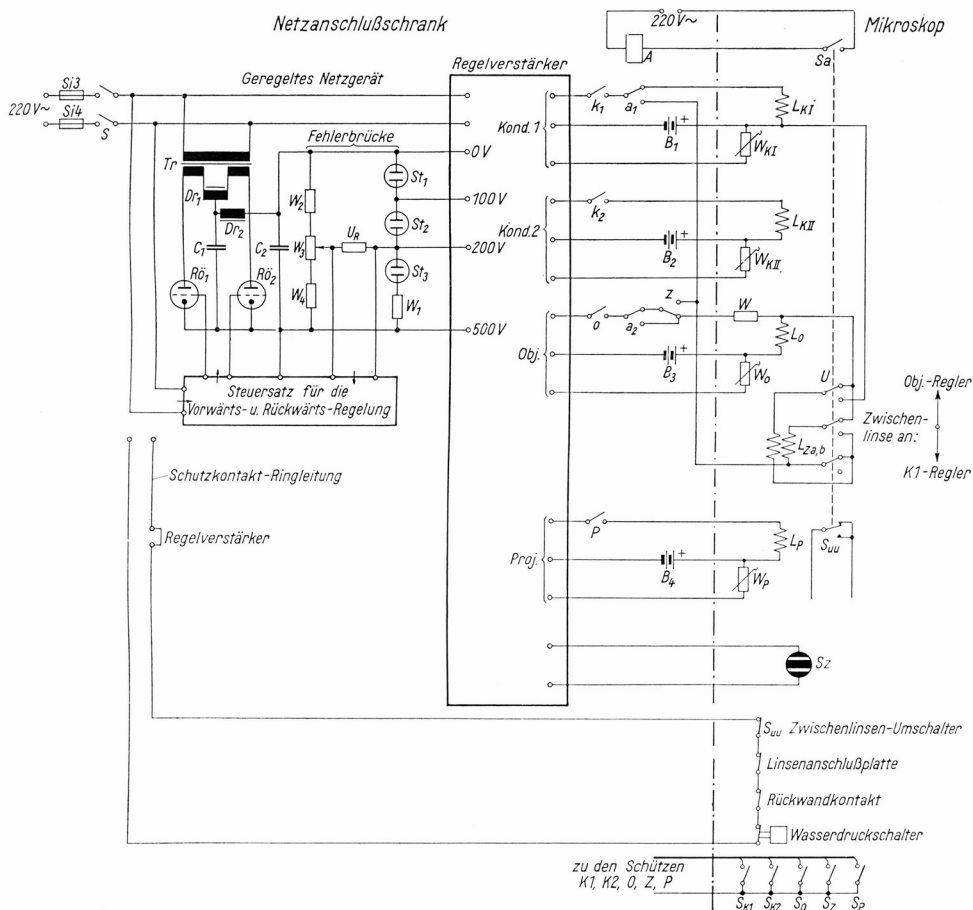


Abb. 14. Versorgung, Schaltung und Regelung der Linsenströme des Elmiskops I

Lage ist. Die Gleichspannung wird durch eine vorwärts und rückwärts wirkende Regelung auf weniger als 1% konstant gehalten, wenn die Netzspannung innerhalb von  $\pm 10\%$  der Nennspannung abweicht. Die Wirkungsweise sei an Hand von Abb. 14, die später noch ausführlich behandelt wird, kurz erläutert.

Die beiden Stromtore  $R_{01}$  und  $R_{02}$  sind gesteuerte Gleichrichter. Im Zusammenwirken mit den Sekundärwicklungen des Transformators Tr erzeugen sie in dem Ladekondensator  $C_1$  eine Gleichspannung von 500 Volt, deren Oberwellen durch

eine Siebschaltung, bestehend aus den Drosseln  $Dr_1$ ,  $Dr_2$  und den beiden Kondensatoren  $C_1$  und  $C_2$ , stark vermindert werden. Die an dem Kondensator  $C_2$  abgenommene Gleichspannung ist so oberwellenarm, daß sie als Betriebsspannung für die angeschlossenen Regelverstärker dienen kann.

Die gesteuerten Gleichrichter  $Rö_1$  und  $Rö_2$  unterscheiden sich von gewöhnlichen Gleichrichtern dadurch, daß sie bei positiver Anode nicht selbsttätig, sondern erst durch einen positiven Zündspannungsimpuls auf das Gitter stromdurchlässig werden. Diese Impulse müssen in jedem Falle in der Halbwelle der Spannung auftreten, in der die Anode gegenüber der Kathode positiv wird. Durch Lage des Zündzeitpunktes innerhalb dieser Halbwelle wird eine mehr oder weniger große Strommenge auf den Ladekondensator  $C_1$  aufgebracht. Der richtige Zündzeitpunkt wird durch einen besonderen Steuerzusatz gewählt, in dem die Zündimpulse in der notwendigen Phasenlage erzeugt werden. Es wird hierzu die aus einer Brückenschaltung entnommene Regelspannung  $U_R$  als Eingangsgröße in den Steuersatz eingeführt. Sie verändert die Phasenlage der Zündimpulse, bezogen auf den Nulldurchgang der Wechselspannung je nach der erforderlichen Leistung. Die Fehlerbrücke wird durch einen Widerstandszweig  $W_2$ ,  $W_3$ ,  $W_4$  und den Stabilisatorzweig  $St_1$ ,  $St_2$ ,  $St_3$  und  $W_1$  gebildet. An der Stabilisatorenkette  $St_1$  und  $St_2$  besteht eine von den Betriebsbedingungen praktisch unabhängige konstante Spannung, während die an der Widerstandskette abgegriffene Spannung mit der Änderung der zu regelnden Gleichspannung behaftet ist. Die Differenz beider ist die Regelspannung  $U_R$ .

Zur Erhöhung der Regelgenauigkeit wird vom Netz her unmittelbar eine zusätzliche „vorwärts“-regelnde Teilspannung eingeführt, welche bei sich ändernder Netzspannung sofort eine Gegensteuerung durch Impulsverschiebung im Steuersatz bewirkt. Jede Änderung der Eingangswechselspannung und der Ausgangsgleichspannung wird bei allen vorkommenden Belastungsfällen innerhalb der angegebenen Fehlergrenzen ausgeregelt.

Im Hinblick auf die zulässigen Schwankungen der Linsenströme stellt das eben betrachtete Netzgerät nur eine grob vorgeregelte Spannungsquelle dar. Die wirksame Konstanthaltung der Ströme besorgen die vier Regelverstärker, von denen aus den erwähnten Gründen nur der Objektivregler betrachtet werden soll (vgl. Abb. 15).

An der vom Netzgerät zugeführten Gleichspannung von 500 Volt liegen, in Reihe geschaltet, der Widerstand zur Einstellung des Objektivstroms  $W_o$  die Objektivlinse Obj, ein Satz parallel geschalteter Regelröhren  $Rö_4$  (nur eine gezeichnet) und für jede Röhre ein Meßwiderstand  $W_m$ . Die Regelröhren werden am Gitter durch drei Steuerstufen beeinflusst.

Die Spannung der unbelasteten Kompensationsbatterie B ist etwas größer als die am Stromeinsteller  $W_o$  abfallende Spannung. Dadurch wird einerseits die Gittervorspannung für die Eingangsrohre  $Rö_1$  erzeugt, andererseits wirkt die ganze Änderung der Spannung am Stromeinsteller als Regelspannung auf das Gitter der Eingangsrohren; deren Betriebsspannungen, die Schirmgitter- und die Anodenspannung, werden als stabilisierte Spannungen vom geregelten Netzgerät bezogen. Auch die Spannung für den Heizkreis dieser Röhre, der hier nicht dargestellt ist, ist besonders stabilisiert.

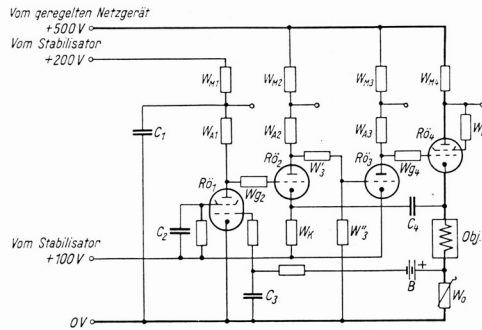


Abb. 15. Schaltung des Objektiv-Regelverstärkers.

Die Anodenspannungsänderung der Röhre 1 wird in direkter Kopplung auf das Gitter der Röhre 2 übertragen, deren Kathodenkreis auf ein Potential von  $+100\text{ V}$  gelegt ist. Hierdurch sowie durch geeignete Bemessung des Kathodenwiderstandes  $W_K$  ergibt sich bei genügend negativer Gitterspannung ein normaler Arbeitspunkt auf der Kennlinie dieser Röhre. Vom Anodenpotential der Röhre 2 wird durch den Spannungsteiler  $W'_3$  und  $W''_3$  ein Gitterpotential für die Röhre 3 abgeleitet, das etwas niedriger als das Kathodenpotential dieser Röhre ist, deren Kathode ebenfalls auf  $+100\text{ Volt}$  liegt. Daher wird auch die Röhre 3 im normalen Arbeitspunkt der Kennlinie betrieben. Ihr Anoden-Widerstand  $W_{A3}$  ist so gewählt, daß ihr Ruhestrom durch entsprechenden Spannungsabfall ein für die Gitter der Endröhren  $Rö_4$  passendes Ruhepotential erzeugt. Die Gitter der Endröhren können dann über einen Gitterschutz-Widerstand  $W_{g4}$  unmittelbar an die Anode der Röhre 3 angeschlossen werden.

Die auf Abb. 15 angedeuteten vier Kondensatoren  $C_1$  bis  $C_4$  dienen verschiedenen Zwecken. Die Kondensatoren  $C_1$ ,  $C_2$  und  $C_3$  verhindern Regelschwingungen, die sich wegen der im Regelkreis wirksamen hohen Verstärkung einstellen würden. Der zwischen den Kathoden der Endröhren  $Rö_4$  und der Kathode der Röhre  $Rö_2$  liegende Kondensator  $C_4$  überträgt im Betrieb eine regelnde Wechsellspannung auf die Kathode der Röhre 2. Dadurch beseitigt er einen durch Restoberwellen der 500-Volt-Gleichspannung hervorgerufenen Brumm an der Linsenwicklung bis unter die Grenze, die die Auflösung etwa stören könnte. Bei Schaltvorgängen wirkt dieser Kondensator dämpfend.

Als Endröhren werden Tetroden verwendet, deren Schirmgitter zur Unterdrückung von Hochfrequenz-Schwingungen über Dämpfungswiderstände  $W_D$  mit den Anoden verbunden sind. In die Anodenleitungen sämtlicher Röhren sind Meßwiderstände  $W_{M1}$  bis  $W_{M4}$  eingebaut, mit deren Hilfe die Funktionsfähigkeit der Röhren überprüft werden kann.

Es hat sich gezeigt, daß nach dem Einschalten des Regelverstärkers sehr schnell eine Beruhigung des Objektivstromes auf  $10^{-5}$  je Minute des eingestellten Stromwertes erreicht wird, während nach einer Betriebszeit von etwa  $\frac{1}{2}$  Stunde und bei normalen Netzverhältnissen die Unruhe des Objektivstromes unter  $10^{-5}$  je Minute

bleibt. Unter den gleichen Netzverhältnissen bleiben die Schwankungen der Linsenströme vom Projektiv und Kondensor unter  $10^{-4}$  bis bzw.  $10^{-3}$ . Unter normalen Netzverhältnissen wird hierbei verstanden: Ständige, kurzzeitige Spannungsschwankungen um  $\pm 1\%$  innerhalb eines Spannungsbereiches von 90% bis 110% der Nennspannung des Netzes.

## 6. Feinheit der Stromeinstellung

Im Abschnitt E 4 wurde bei der Betrachtung des Einflusses des Astigmatismus dargelegt, daß zur Zeit die Grenze der möglichen Korrektur bei einer relativen astigmatischen Stromdifferenz von einigen  $10^{-5}$  liegt. Im Abschnitt F 3 wurde die Beziehung zwischen der Schwankung der Strahlspannung oder des Objektiv-Linsenstromes und der erzielbaren theoretischen Auflösung mitgeteilt. Analog zu der dort angegebenen Gleichung ergibt sich für die bisher erreichte praktische Auflösung von  $0,8 \mu$  noch eine zulässige, relative Stromschwankung von etwa  $2 \cdot 10^{-5}$ . Daher schien es zu genügen, die Einstellgenauigkeit für den Objektivstrom von  $10^{-5}$  vorzusehen. Diese beträchtliche Feinheit der Stromeinstellung ist nur in mehreren Stufen erzielbar. Außer einer groben Voreinstellung des Strombereiches durch den Spannungswahlschalter sind für den Objektivstrom drei weitere Stromeinsteller genügen den Einstellbereich und genügender Einstellfeinheit vorgesehen. Diese Stromeinsteller haben daher drei Schaltebenen, die durch drei koaxiale mit je einem Knopf versehenen Antriebe — Grob-, Mittel- und Feineinsteller — betätigt werden. Sie werden so dimensioniert, daß bei 80 kV Strahlspannung ein Schritt des Feineinstellers

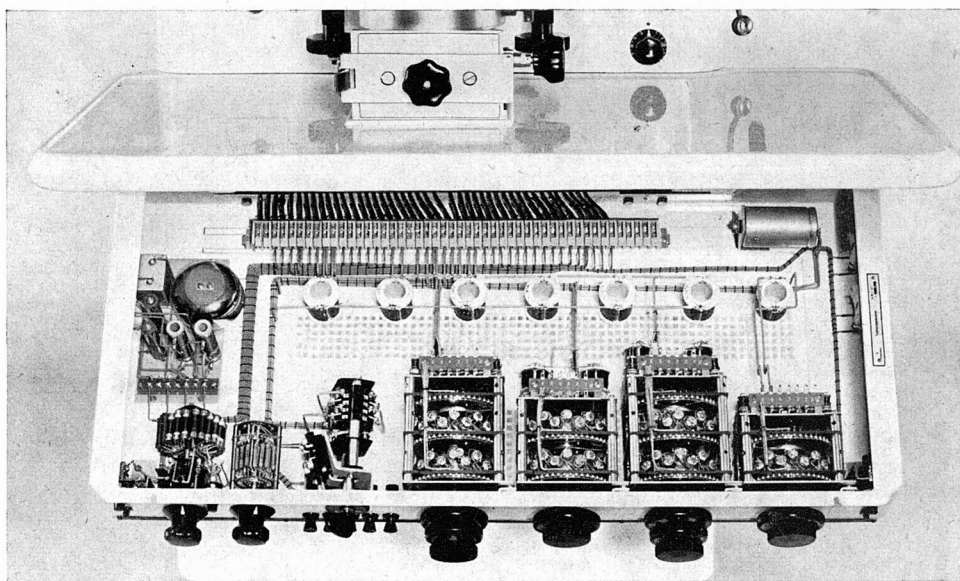


Abb. 16. Blick in den Bedienungskasten mit den konzentrisch angetriebenen Grob-Fein-Einstellern für vier Spulenstromkreise.



einer Änderung des Objektivstromes von  $2 \cdot 10^{-5}$  entspricht. Damit ist die Annäherung an den geforderten Scharfstellwert des Objektivstromes bis auf mindestens  $10^{-5}$  gewährleistet.

Für die anderen Linsen können entsprechende Betrachtungen über die notwendigen kleinsten Einstell differenzen des Stromes durchgeführt werden. Unter Berücksichtigung der verschiedenen elektronenoptischen Aufgaben, die mit dem Gerät durchzuführen sind, ergab sich für den Kondensor 1 bzw. für die Zwischenlinse, wenn sie unabhängig erregt wird, ein dreistufiger Stromeinsteller, während für den Kondensor 2 und für das Projektiv zweistufige Einsteller genügen. Die Anordnung der Stromeinsteller für die vier Linsen ist auf Abb. 16, die den heruntergeklappten Bedienungskasten zeigt, zu erkennen.

## 7. Übersicht über die gesamte Linsenelektronik

Im Abschnitt C 1 wurden die verschiedenen mit dem Elmiskop I möglichen Betriebsarten geschildert. Hierfür müssen die Elektronenlinsen in verschiedener Weise kombiniert, d. h. zum Teil ein-, aus- oder umgeschaltet werden. Zur Erläuterung dieser Kombinationen ist in Abb. 14 die Schaltung der Linsenelektronik dargestellt. Der Einstell- oder Geberteil der Schaltung befindet sich im Mikroskop, während der Funktionsteil im Netzanschlußschrank untergebracht ist. Die beiden Teile sind in Abb. 14 durch die senkrechte strichpunktierte Linie getrennt. Der besseren Übersicht halber sind nur die wichtigen Schalt- und Bauelemente angedeutet.

$L_{K_I}$ ,  $L_{K_{II}}$ ,  $L_O$ ,  $L_Z$  und  $L_P$  sind die Linsenwicklungen der beiden Kondensoren, des Objektivs, der Zwischenlinse und des Projektivs.  $W_{K_I}$ ,  $W_{K_{II}}$ ,  $W_O$  und  $W_P$  sind die Stromeinsteller für den Kondensor 1 bzw. die Zwischenlinse, für den Kondensor 2, für das Objektiv (allein oder mit Zwischenlinse in Reihe) und für das Projektiv. Zum Ein- und Ausschalten der verschiedenen Linsen dienen die Linsenwahltasten  $S_{K_I}$ ,  $S_{K_2}$ ,  $S_O$ ,  $S_Z$ ,  $S_P$ . Sie steuern entsprechende Schütze im Netzanschlußschrank, die durch ihre Kontakte  $k_1$ ,  $k_2$ ,  $o$ ,  $z$ ,  $p$  die Linsenspulen ein- oder ausschalten. Die Umschaltung der Zwischenlinse, deren beiden Wicklungshälften  $L_{Za}$  und  $L_{Zb}$  einmal parallel geschaltet in Reihe zu der Objektivwicklung liegen, das andere Mal in Reihenschaltung vom Regelverstärker des Kondensors 1 gespeist werden, wird durch einen Umschalter  $U$  besorgt. Er ist gekoppelt mit einem Unterbrecherschalter  $S_{UU}$ , der durch Ein drücken des Knebels des Umschalters geöffnet wird und vor der Umschaltung der Linsenwicklung die Anodenspannung von den Regelverstärkern abschaltet. Die Stellung des Schalters  $U$  auf Abb. 14 gilt für den Fall, daß die Zwischenlinse gemeinsam mit dem Objektiv erregt wird. Die beiden Wicklungshälften sind parallel in Reihe mit der Objektivlinsenwicklung  $L_O$  geschaltet. Eine weitere Schaltebene  $S_a$  des Umschalters betätigt ein ebenfalls im Netzanschlußschrank sitzendes Schütz  $A$ , das die Umschaltung der Zwischenlinse auf den Regler  $K_1$  bzw. den Objektivkreis ausführt. In der gezeichneten Stellung liegen der Kontakt  $a$  und die Linsenwicklung  $L_{K_I}$  des ersten Kondensors am zugehörigen Regelverstärker. Beim Herausnehmen der Zwischenlinse aus dem Objektivkreis wird durch den Ersatzwiderstand  $W$  der richtige Abschlußwiderstand für den Objektiv-Regelverstärker herbeigeführt.

Wegen der hohen an den Regelverstärkern wirksamen Anodenspannung (500 Volt) sind Sicherheitsmaßnahmen nötig, um ein Berühren spannungsführender Teile zu verhindern, wenn das Stativgehäuse des Mikroskops geöffnet wird. An den gelegentlich betriebsmäßig zu öffnenden Stellen der Linsenanschlußplatte hinter dem Objektiv und der Rückwand des Stativs sind Türkontakte angebracht, die elektrisch in Reihe mit dem schon erwähnten Schalter  $S_{UU}$  geschaltet sind. In der gleichen Leitung ist noch ein Wasserdruckschalter eingefügt, der die Erregerwicklung des Schützes für die Anodenspannung des Netzgerätes nur freigibt, wenn genügend Wasser durch die Kühleinrichtungen der Linsenwicklungen fließt. Diese Leitung ist im Netzanschlußschrank noch über eine Steckverbindung am Regelverstärker geführt, welche bewirkt, daß auch beim Herausnehmen des Regelverstärkers die Anodenspannung abgeschaltet wird. Dadurch wird eine Überlastung der Stabilisatoren verhindert.

Die im Netzanschlußschrank befindlichen Teile der Linsenelektronik — Netzgerät und ein Regelverstärker — sind in ihrer grundsätzlichen Wirkungsweise schon beschrieben. Es sei noch auf die vier Kompensationsbatterien  $B_1$  bis  $B_4$  hingewiesen, die mit den zugehörigen Stromeinstellern  $W_K$  bis  $W_P$  zusammenwirken und die Eingangsspannung der Regelverstärker für die Linsenströme bilden. Nicht dargestellt sind die schon erwähnten Schaltschütze nebst Schutzkondensatoren, die sämtlich im Netzanschlußschrank untergebracht sind.

Bei Betriebsbeginn wird das geregelte Linsenstrom-Netzgerät über ein Hauptschütz eingeschaltet. Der Schalter  $S$  ist im allgemeinen in Stellung „ein“, er wird nur zum gelegentlichen Stromlosmachen der Linsenelektronik benutzt. Die Stromtore und die wechselstromgeheizten Röhren, d. h. alle Endröhren und ein Teil der Vorröhren werden angeheizt, ein Zeitrelais im Netzgerät läuft an und schaltet nach der Anheizzeit von etwa 5 Minuten die Primärspannung auf den Übertrager  $Tr$ . Dadurch werden die Gleichspannungen (100, 200, 500 Volt) an die Regelverstärker gelegt.

Zur Anzeige der Arbeitsbereitschaft der Linsenelektronik dient ein Schauzeichen an der Vorderwand des Mikroskopstativs.

## 8. Der Netzanschlußschrank

Auf Abb. 17 ist der Netzanschlußschrank mit geöffneten Türen wiedergegeben. Die verschiedenen Einschübe sind leicht zu erkennen. Unten im Schrank steht die Hochspannungsanlage. Unmittelbar darüber sind Netztransformator und eine Siebdrossel des Netzgerätes sichtbar. Die drei übereinanderliegenden Einschübe sind von unten nach oben: Der Konstanthalter für die Hochspannung, das Netzgerät für die Linsenströme und der zugehörige Regelverstärker mit den sichtbaren vier Verstärkereinheiten. Auf der rechten Seite erkennt man die vier übereinander angeordneten zugehörigen Kompensationsbatterien. Oben befindet sich das Schalt- und Sicherungsfeld mit den Schützen und Schutzkondensatoren. Über der obersten Sicherungsreihe auf der rechten Seite ist der Türkontakt sichtbar, der beim Öffnen dieser Tür die Netzspannung von allen eingebauten Geräten abschaltet.

Auf der anderen Seite des Netzanschlußschrankes befindet sich eine zweite Tür, die während des Betriebes jederzeit geöffnet werden kann. Auf dem dahinterliegenden

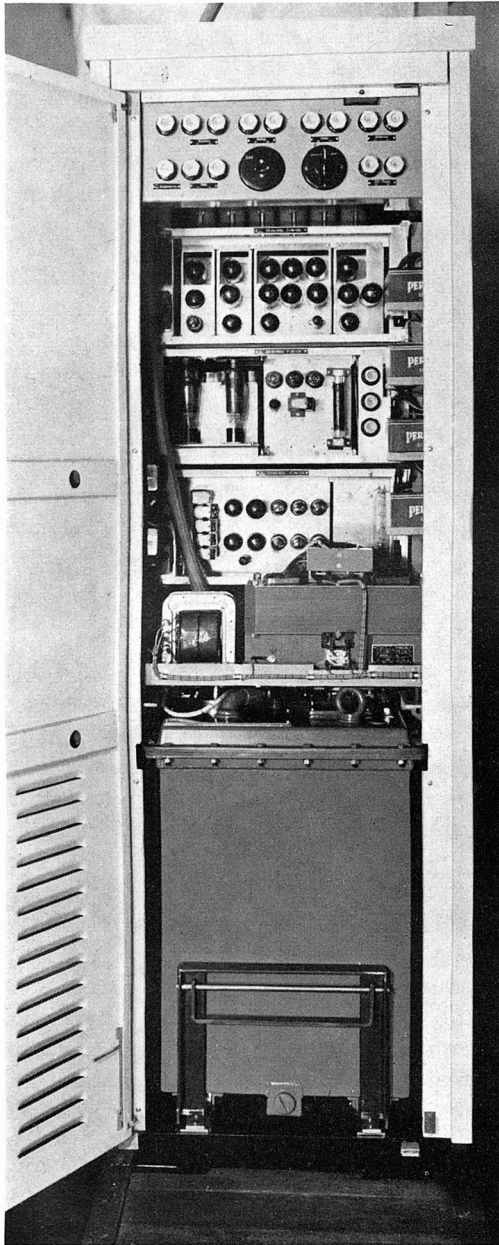


Abb. 17. Netzanschlußschrank. Blick auf die 100-kV-Hochspannungsanlage und die Regelelektronik für Strahlspannung und Linsenströme.

Überwachungs- und Justierfeld kann jede Röhre der verschiedenen Einschübe auf Anodenstrom überprüft werden. Im Zusammenwirken mit Feinsicherungen in den Anodenkreisen der Endröhren kann eine schadhafte Röhre sofort ermittelt und ersetzt werden. Die auf den Schalterstellungen angeschriebenen Nummern weisen auf entsprechende Zahlen an den Röhrenfassungen hin.

Damit die Spannungen und die Impulslage des Netzgerätes richtig eingestellt werden können, sind Einstellglieder vorgesehen. Auch der Regelbereich der Diodenheizung kann auf der Frontplatte des Spannungskonstanthalters eingestellt werden.

#### G. Bestimmung der praktischen Auflösung im Prüffeld

##### 1. Herstellen geeigneter Testobjekte

Es ist selbstverständlich, daß zum Nachweis der praktischen Auflösung eines Elektronenmikroskops nur solche Objekte dienen können, bei denen die örtliche Verteilung der Massendicke sich schon im Auflösungsbereich genügend stark ändert, daß sie im vergrößerten Bild noch erkennbare örtliche Kontraste hervorruft. Da spezifisch schwere Teilchen wegen ihrer stärkeren Streuwirkung auf Elektronen im elektronenoptischen Bild kontrastreicher erscheinen als gleich große Teilchen aus spezifisch leichtem Material, vermag ein Elektronenmikroskop genügend fein verteilte Präparate aus spezifisch schweren Stoffen mit besserer Auflösung abzubilden als solche aus spezifisch leichteren Stoffen.

Wir können zur Auflösungsbestimmung grundsätzlich sowohl natürliche als auch künstlich hergestellte Präparate verwenden. Auch bei vielen natürlichen Präparaten wird man an einigen Stellen Bildeinheiten finden, deren Abmessungen an der Auflösungsgrenze des Mikroskops liegen. Solange man jedoch nicht mit genügender Sicherheit darauf rechnen kann, daß solche Bilddetails aufgefunden werden, erscheint die Verwendung der meisten natürlichen Präparate zur Bestimmung der Auflösung unrationell. Man verwendet besser künstlich hergestellte Präparate, deren Feinstruktur über das ganze Objektfeld gleichmäßig ist und die schon nach den Gesichtspunkten des gewünschten Auflösungsbegriffes (z. B. Punkt- oder Gitterauflösung) ausgewählt und hergestellt werden können.

Am leichtesten lassen sich Objekte mit punktförmiger Feinstruktur herstellen. Verwendet man solche Objekte dazu, die praktische Auflösung eines Elektronenmikroskops zu bestimmen, erhält man zugleich die vorsichtigste Auflösungsangabe, die Punkttrennung. Natürlich dürfen Teilchen, die im Bild noch voneinander getrennt erscheinen sollen, in der Richtung zum Nachbarteilchen keine größere Abmessung als die praktische Auflösung des Mikroskops haben. Am einfachsten lassen sich Präparate zur Bestimmung der Punkttrennung eines Durchstrahlungs-Elektronenmikroskops durch Bedampfen eines dünnen Trägerfilms mit Schwermetallen herstellen. Besonders gut hat sich bisher Platin als Aufdampfmaterial bewährt. Teilchen von der hier verlangten Kleinheit bilden sich aber, selbst wenn sie aus Schwermetallen bestehen und auf dünnsten Filmen aufgebracht sind, wegen ihrer geringen Elektronenstreuung so kontrastarm auf dem Leuchtschirm ab, daß eine genügend genaue Scharfstellung an ihnen selbst nicht möglich ist.

Zum Herstellen des Testpräparats wird die Objektträgerblende daher zunächst mit einem mit Löchern versehenen Kollodiumfilm überzogen (36). Zur Kontrasterhöhung wird dieser durch eine in einer Kohlenwasserstoffatmosphäre brennende Glimmentladung (37) so weit verstärkt, daß die an den Rändern der Löcher auftretenden Beugungssäume deutlich erkennbar sind. Dieser so vorbereitete Grundfilm wird mit einem zweiten, aber sehr dünnen Kollodiumfilm, dem Deckfilm, überspannt und dieser dann im Vakuum mit einer dünnen Aufdampfschicht versehen. Zur Beurteilung der praktischen Auflösung werden auf den Aufnahmen die innerhalb der Löcher des Grundfilms auf dem Deckfilm liegenden aufgedampften Teilchen herangezogen. Auf diese Weise hergestellte Testpräparate haben zwei für die Auflösungsbestimmung wesentliche Vorteile: Einerseits kann der Deckfilm dünner gemacht werden als die üblichen Trägerfilme, da er nur die kleinen Löcher im Grundfilm überbrücken muß. Dadurch ergibt sich eine minimale Kontrastverschlechterung für die Objektteilchen. Andererseits kann bei der Scharfstellung neben den Objektteilchen zusätzlich der kontrastreichere Beugungssaum an einem Loch des relativ dicken Grundfilms beobachtet werden.

Für die Dosierung der aufzudampfenden sehr dünnen Schicht hat sich folgende Einrichtung bewährt: Am Rande der für die Freigabe des Dampfstrahles angebrachten Bohrung der Abdeckblende wird zur Beobachtung der sich bildenden Aufdampfschicht ein schräg zum Dampfstrahl gerichtetes Deckgläschen angebracht. Dieses

kommt durch Drehen der Abdeckblende zu Beginn des Bedampfens so in den Strahlkegel der Heizquelle, daß etwa die obere Hälfte des Gläschens bedampft wird. Man beobachtet durch die Vakuumglasglocke gegen einen gut beleuchteten weißen Hintergrund. Im Vergleich mit der unbedampften Fläche des Deckgläschens lassen sich auf diese Weise bereits dünnste Aufdampfschichten beobachten. Durch Variation der Entfernung der Objektträgerblenden von der Heizquelle, des Heizstroms und der Bedampfungsdauer erhält man Schichten jeder gewünschten Dicke. Das Platin wird wie üblich von einem Wolframdraht verdampft, auf den es als Häkchen aus Draht oder aus Blech aufgehängt und dann aufgeschmolzen wird. Während des Aufheizens des Wolframdrahtes werden die befilmten Präparatsträger gegen die Heizquelle durch die vorgeschaltete Abdeckblende geschützt. Unmittelbar nach dem Schmelzen des Platins bringt man eine Bohrung dieser Blende in den Strahlengang der Bedampfungsquelle und beginnt die Beobachtung der auf dem Deckgläschen sich niederschlagenden Metallschicht.

Es ist zweckmäßig, sich stets eine Serie verschieden dick bedampfter Testpräparate herzustellen. Es empfiehlt sich, die gewonnenen Beobachtungsgläser aufzubewahren, da sie die in manchen Fällen erwünschte Wiederholung gleich dicker Bedampfungen erleichtern.

## 2. Erforderliche Testaufnahmen

Bei der experimentellen Bestimmung der Auflösung von Elektronenmikroskopen, d. h. also der praktischen Auflösung, sind besondere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten, die einerseits mit einem möglichen axialen Astigmatismus der Abbildung, andererseits damit zusammenhängen, daß die mit dem Elektronenmikroskop erzielbare elektronische Vergrößerung fast immer kleiner ist als die für das Auge förderliche Vergrößerung und sehr häufig auch noch kleiner, als sie mit Rücksicht auf die Körnigkeit des Leuchtschirms und der photographischen Emulsion gewählt werden dürfte. Man kann daher nur dann aus elektronenoptischen Aufnahmen zweifelsfrei die Auflösung des betreffenden Elektronenmikroskops nachweisen, wenn

- a) die behauptete Punktauflösung auf einer Aufnahme mindestens in zwei zueinander senkrechten, noch besser in allen Richtungen vorhanden ist (38), und wenn
- b) die zum Beweis der Auflösung herangezogenen Objekteinzelheiten mindestens auf zwei, besser noch auf einer größeren Anzahl von Aufnahmen desselben Objektgebiets vorhanden sind (5). Aus solchen Aufnahmeserien läßt sich auch beurteilen, wie genau das Bild im Mikroskop fokussiert werden und wie sicher man die richtige Fokussierung erkennen kann, und ferner wie gut und wie lange eine einmal eingestellte Bildschärfe aufrechterhalten bleibt.

## 3. Elektronische Vergrößerung der Testpräparate

Die elektronische Vergrößerung der Testpräparate wurde auf die beiden folgenden Arten mit einer Genauigkeit von etwa  $\pm 3\%$  bestimmt. Die angegebenen, normalerweise vorliegenden Zahlenwerte der einzelnen Meßgrößen ermöglichen in Verbindung mit dem Meßverfahren eine Beurteilung der relativen Meßgenauigkeit.

### *Erste Vergrößerungsbestimmung*

- a) Ausmessen des lichten Durchmessers der Objektblende des Testpräparates ( $d_O = 70 \mu$ ) mit dem Lichtmikroskop.
- b) Ausmessen des 500fachen Meßbildes der Objektblende auf dem Meßleuchtschirm ( $d_M = 35 \text{ mm}$ ) mittels der auf dem Schirm eingravierten mm-Teilung.
- c) Ausmessen des lichten Durchmessers der Gesichtsfeldblende des Projektivs ( $d_G \geq 380 \mu$ ) mit dem Lichtmikroskop.
- d) Ausmessen des Endbilddurchmessers auf der Aufnahme mit einem mm-Maßstab ( $d_A \approx 96 \text{ mm}$  bei Einstellung des Leuchtschirmbildes auf den eingravierten Normkreis mit einem Durchmesser von 90 mm).
- e) Berechnen der Vergrößerung nach  $M = 1,29 \frac{d_M}{d_O} \cdot \frac{d_A}{d_G}$ . Hierbei berücksichtigt der Faktor 1,29 die Mehrvergrößerung des reellen Elektronenbildes in der Gegenstandsebene des Projektivs (Zwischenbild) gegenüber der Vergrößerung des Meßbildes. Er ergibt sich aus dem Verhältnis der beiden Bildentfernungen von der hinteren Brennebene der Zwischenlinse.

Dieses Verfahren benutzt man u. a. auch im Prüffeld, um einerseits den Abstand des Objekts vom Objektiv so einzustellen, daß sich ein 500faches Meßbild bzw. ein 640faches Zwischenbild ergibt, und um andererseits die Gesichtsfeldblenden der Projektivpolschuhe daraufhin zu prüfen, ob ihre Größe der Sollgröße für die normalen Projektivvergrößerungen entspricht.

### *Zweite Vergrößerungsbestimmung*

- a) Lichtmikroskopische Messung des Abstandes zweier Löcher in der Grundfolie des Testpräparats, die sich in einer Entfernung von etwa  $35 \mu$  diametral gegenüberliegen. Das Testpräparat wurde vorher im Elektronenmikroskop bestrahlt.
- b) Aufnahme des Testpräparats in fortschreitend höheren elektronischen Vergrößerungsstufen.
- c) Bestimmung der kleinsten elektronischen Vergrößerung durch Ausmessen der gemäß a) lichtmikroskopisch vermessenen Strecke auf der elektronischen Vergrößerung mittels mm-Maßstabs.
- d) Bestimmung der Vergrößerungen der elektronischen Aufnahmen gemäß b) gegenüber der jeweils geringer vergrößerten elektronischen Aufnahme durch Ausmessen von identischen Objektanmessungen in beiden Bildfeldern mittels eines mm-Maßstabs. Dabei wurden keine Strecken unter 20 mm vermessen.

Dieses unmittelbare Verfahren erfordert einen großen Aufwand, ist aber dafür unabhängig von der Ausmessung von Apparaturgrößen, da es nur das Testpräparat und die elektronische Aufnahme vergleicht.

## 4. Auflösung der Emulsion und elektronische Vergrößerung

Die von verschiedenen Autoren beim Nachweis der Auflösung von Elektronenmikroskopen vorausgesetzte Auflösung der Photoemulsion ist aus Tabelle 4 ersichtlich. Sie zeigt, daß bei der von uns zum Nachweis der praktischen Punktauflösung gewählten hohen elektronischen Vergrößerung von 200 000:1, der geringen Nach-

vergrößerung von 5:1 und der vorausgesetzten geringen Plattenauflösung von  $160\mu$  die Objekteinzelheiten keinesfalls mehr von der Plattenkörnigkeit vorgetäuscht sein können. Diese Sicherheit ist bei zu geringen elektronischen Vergrößerungen, wie z. B. bei der von HILLIER (42) veröffentlichten Aufnahme, nicht mehr gegeben, da dort eine Auflösung der Emulsion von nur  $16\mu$  bei schwachem Bildkontrast vorausgesetzt wird.

Tabelle 4.

Aus Abbildungen entnommene Punkttrennung  $\delta''$  verschiedener Elektronenmikroskope und die dabei von den Autoren in Anspruch genommene Punkttrennung  $\delta''A_e$  der photographischen Emulsion ( $A_e$  = elektronischer Abbildungsmaßstab)

Jahr	Gerät und Autor	U kV	$\delta''$ $m\mu$	$A_e$ —	$\delta'' \cdot A_e$ $\mu$	Emulsion	Nachweis durch
1940	Serienausführung Siemens (39)	(75)	2,5	39 000	73	Agfa-Normal	Einfachbild
1941	Versuchsgerät M. v. Ardenne (40)	(60)	2,2	24 000	53	nicht angegeben	Einfachbild
1944	Serienausführung Siemens (41)	75	2,0	44 000	88	Agfa- Spektral- Blau-Rapid	Einfachbild
1944	Versuchsgerät M. v. Ardenne (8)	60	1,2	45 000	54	nicht angegeben	Einfachbild
1946	Serienausführung Typ EMU RCA (42)	50	1,1	14 600	16	Medium lantern slide	Einfachbild
1950	Sonderausführung Typ EM8 AEG-Zeiß (43)	(50)	2,0	32 500	65	nicht angegeben	Doppelbild
1953	Serienausführung Typ ÜM 100 <sub>e</sub> Siemens (33)	80	1,0 (0,6)	150 000	150 (90)	Kranz- Repro	Doppelbild
1954	Serienausführung Elmiskop I Siemens (44)	80	0,8	200 000	160	Gevaert Scientia 19 D 50	Dreifachbild

## 5. Auflösung der Testaufnahmen und Objektveränderung

Abb. 18 zeigt drei von insgesamt sechs mit einem Elmiskop I im Prüffeld gewonnenen Aufnahmen des gleichen Objektfeldes einer Platin-Iridium-Aufdampfschicht auf Doppelfilm.

Beim genauen Vergleich von Mehrfachaufnahmen hoher Auflösung vom gleichen Testpräparat (Aufdampfschicht) beobachtet man einerseits an einigen Stellen des Objekts identische Strukturelemente der Größenordnung  $1m\mu$  auf mehr als einer Aufnahme, andererseits deutliche Veränderungen von gleich großen oder selbst größeren Strukturelementen an anderen Stellen des Objekts. Diese Veränderungen von Aufnahme zu Aufnahme, d. h. innerhalb einer Zeit von wenigen Sekunden, können nach unserer heutigen Kenntnis durch folgende Ursachen bedingt sein:

- a) Aufbau von Kohleschichten aus dem Kohlenwasserstoff des Restdampfes entsprechend der zugeführten Strahlendosis,



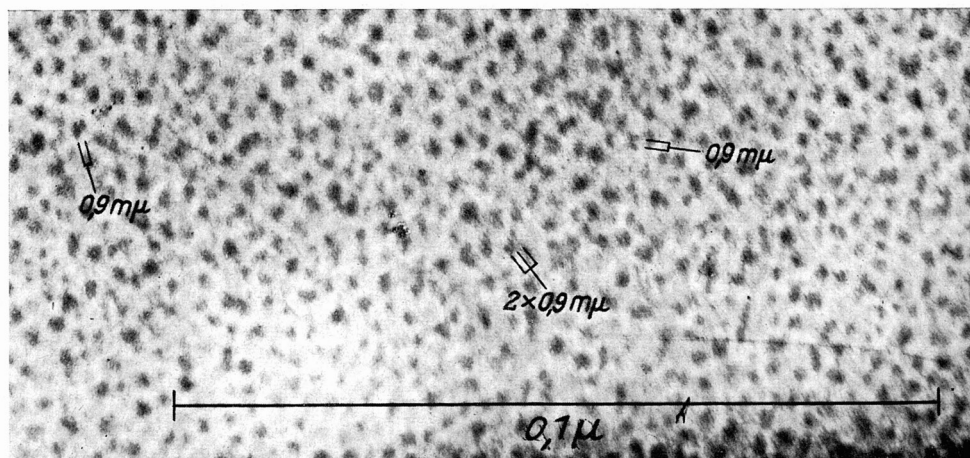
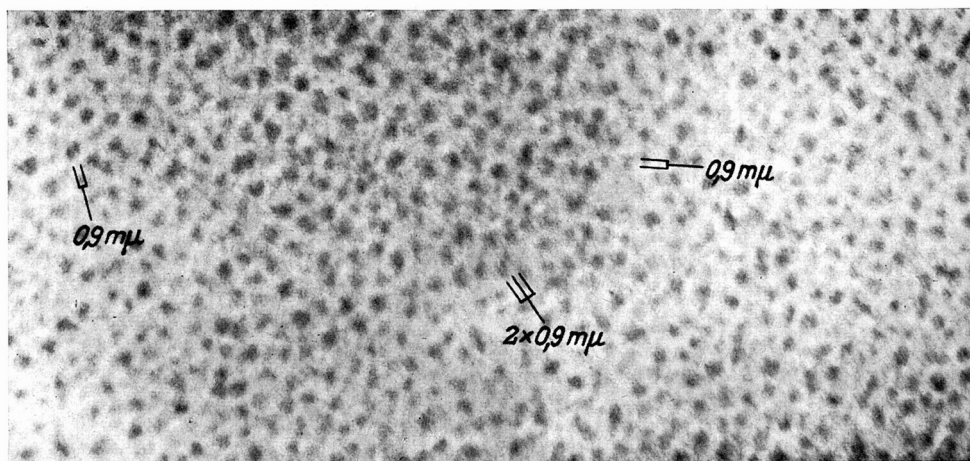
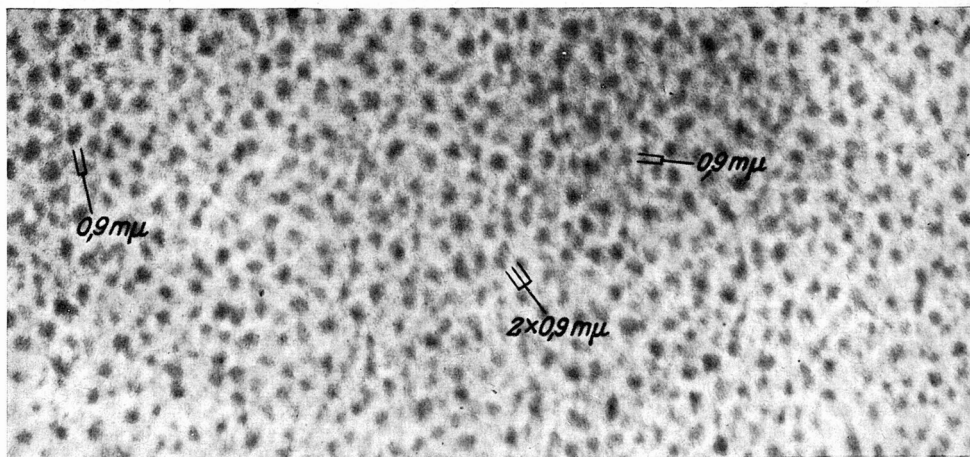


Abb. 18. Dreimalige Aufnahme des gleichen Bereichs einer auf Doppelfilm aufgetragenen Platin-Iridium-Aufdampfschicht. (Auflösungstest für Elmiskop I Nr. 133 bei 80 kV.) Elektronische Vergrößerung: 200 000:1. Nachvergrößerung: 5:1. Wiedergabe: 1 000 000:1. Strahlspannung: 80 kV. Expositionszeit: 4 Sek. Emulsion: Gevaert Scientia 19 D 50.



- b) chemische Umwandlung des Präparatmaterials unter der ionisierenden Einwirkung der Strahlendosis,
- c) Wandern von Teilchen auf dem Film bei geringer Temperatur,
- d) Verdampfen und Umkristallisieren von Teilchen bei Temperaturerhöhung infolge intensiver Bestrahlung.

Die erste Ursache läßt sich durch Unterkühlen der Objektumgebung (45) auf etwa  $-80^{\circ}\text{C}$ , die letzte Ursache bei dem hier beschriebenen Gerät durch Kleinfeldbestrahlung (46) ausschalten. Die zur Auflösungsbestimmung in Abb. 18 wiedergegebenen Testpräparate sind bei Kleinfeldbestrahlung von etwa  $10\mu$  Durchmesser — jedoch noch ohne Unterkühlen der Objektpatrone — aufgenommen. Die beim genauen Vergleich der drei Aufnahmen von Abb. 18 erkennbaren Gestaltsänderungen kleinster Platinteilchen sind daher wahrscheinlich durch Aufbau einer Kohleschicht oder durch Wandern von Teilchen auf dem Film bei geringer Temperatur entstanden. Die Veränderung von Bildelementen zwischen zwei Aufnahmen ist kein Beweis gegen die Auflösung der ersten Aufnahme. Die Wiederholung derselben Bildelemente auf einer steigenden Anzahl von Aufnahmen darf als zunehmend gesicherter Beweis gegen eine Objektänderung an dieser Stelle und für die nachgewiesene Auflösung des Gerätes gelten. Zwei Umstände erschweren es heute noch, die praktische Auflösung selbst eines sehr leistungsfähigen Elektronenmikroskops durch Punkttrennung auf Mehrfachaufnahmen nachzuweisen:

- a) Es ist schwierig, Objekte mit genügend feiner punktförmiger Struktur herzustellen, deren Bilder genügend sicher scharf eingestellt werden können.
- b) Es ist noch nicht möglich, während des Mikroskopierens Objektveränderungen zu vermeiden, die innerhalb kurzer Zeit erkennbar sind.

Die auf Abb. 18 wiedergegebenen Aufnahmen wurden bei der Abnahme eines Gerätes im Prüffeld gewonnen. Die bisher hierbei erreichte Punkttrennung von  $0,8\text{ m}\mu$  zeigt, daß der Abstand von der theoretischen Punkttrennung (etwa  $0,3\text{ m}\mu$ ) nicht mehr sehr groß ist. Das Verhältnis der praktischen zur theoretischen Auflösung hängt davon ab, wie weit die in Tabelle 1 angegebenen Forderungen erfüllt sind. Die bisher bei der Abnahme einer größeren Anzahl von Geräten gewonnene Erfahrung zeigt, daß diese gute praktische Auflösung bei größter Sorgfalt erreicht werden kann. Da die Geräte aus wirtschaftlichen Rücksichten nicht in allen Fällen so lange im Prüffeld belassen werden können, bis eine praktische Auflösung von  $0,8\text{ m}\mu$  nachgewiesen ist, begnügen wir uns zur Zeit mit dem Prüffeldnachweis einer Punkttrennung von mindestens  $1,5\text{ m}\mu$ .

Die physikalischen Entwicklungsarbeiten für das Elmiskop I wurden von Herrn Dr. S. LEISEGANG und Fräulein Dipl.-Phys. K. MÜLLER, die elektrischen von den Herren Dipl.-Ing. A. ENGEL, H. EVERDING und H. HILBIG durchgeführt. Die konstruktive Durchbildung des Geräts wurde von den Herren A. ASMUS, F. KOLWITZ, A. MOHR und W. SCHOMBURG, die fabrikatorische von Herrn W. SOMMER besorgt.

Allen Mitarbeitern möchten die Verfasser bei Abschluß dieser Arbeit für ihre langjährige wertvolle Unterstützung herzlichen Dank sagen.

## Schrifttum

- (1) RUSKA, E., Über Fortschritte im Bau und in der Leistung des magnetischen Elektronenmikroskops, *Z. Phys.* **87** (1934) 580—602. — (2) BOERSCH, H., Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop. I. Eingriffe in das Beugungsbild und ihr Einfluß auf die Abbildung, *Ann. Physik* **5. Folge**, **26** (1936) 631—544. — (3) BRÜCHE, E., und O. SCHERZER, Geometrische Elektronenoptik, J. Springer, Berlin, 1934, Seite 273. — (4) v. BORRIES, B., Über die Intensitätsverhältnisse am Übermikroskop. II. Mitteilung: Vergrößerungsfähigkeit, Körnigkeit und Auflösungsvermögen elektronengeschwätzter photographischer Platten, *Z. angew. Photographie IV* (1942) 42—58. — (5) v. BORRIES, B., Über günstige Entwicklungsverfahren und Grenzlösungsvermögen photographischer Platten für übermikroskopische Aufnahmen, *Z. Phys.* **122** (1944) 539—572. — (6) RUSKA, E., Über neue magnetische Durchstrahlungs-Elektronenmikroskope im Strahlspannungsbereich von 40 bis 220 kV. Teil I, *Kolloid-Z.* **116** (1950) 102—120. — (7) v. BORRIES, B., und W. GLASER, Über die Temperaturerhöhung der Objekte im Übermikroskop. V. Mitteilung über die Intensitätsverhältnisse am Übermikroskop, *Kolloid-Z.* **106** (1944) 123—128. — (8) v. ARDENNE, M., Über ein neues Universal-Elektronenmikroskop mit Hochleistungsmagnet-Objektiv und herabgesetzter thermischer Objektbelastung, *Kolloid-Z.* **108** (1944) 195—208. — (9) v. ARDENNE, M., Elektronen-Übermikroskop mit wahlweise einschaltbarer Elektronensonde zur Herstellung von Elektronenbeugungsdiagrammen bestimmter kleiner Bezirke des Gesichtsfeldes, *Z. Phys.* **117** (1941) 515—523. — (10) v. ARDENNE, M., E. SCHIEBOLD und F. GÜNTHER, Feinstrahl-Elektronenbeugung im Universal-Elektronenmikroskop. (Arbeitsweise und Ergebnisse.) *Z. Phys.* **119** (1942) 352—365. — (11) HILLIER, J., R. F. BAKER und V. K. ZWORYKIN, A Diffraction Adapter for the Electron Microscope, *J. Appl. Phys.* **13** (1942) 571—577. — (12) HILLIER, J., und R. F. BAKER, On the Improvement of Resolution in Electron Diffraction Cameras, *J. Appl. Phys.* **17** (1946) 12—22. — (13) Ein Mikroskop mit drei Vergrößerungsstufen und zwei Kondensoren, von denen der erste ein verkleinertes Kathodenbild erzeugen und der zweite diesen Querschnitt zur Separierung kleiner beugender Bereiche auf das Objekt abbilden kann, baute bereits L. MARTON, A 100-kv Electron Microscope, *J. Appl. Phys.* **16** (1945) 131—138. Abbildungen und Beugungsdiagramme kleinster Objektbereiche, die mit diesem Gerät gewonnen wurden, sind uns nicht bekannt geworden. — (14) RUSKA, E., DBP 887386 vom 14. 9. 40. — (15) RUSKA, E., DBP 892206 vom 3. 3. 42. — (16) RUSKA, E., DBP 889334 vom 15. 1. 43. — (17) RIEDMILLER, R., Über die Struktur dünner Metallschichten, *Z. Phys.* **102** (1936) 408—416. — (18) KÖNIG, H., Gitterkonstantenbestimmung im Elektronenmikroskop, *Natw.* **33** (1946) 343—346. — (19) RUSKA, E., DBP 895357 vom 31. 12. 42. — (20) BOERSCH, H., Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop. II. Strukturuntersuchung mittels Elektronenbeugung, *Ann. Physik* **5. Folge** **27** (1936) 75—80. — (21) RUSKA, E., DBP 889481 vom 4. 2. 43. — (22) LE POOLE, J. B., Ein neues Elektronenmikroskop mit stetig regelbarer Vergrößerung, *Philips' Technische Rundschau* **9** (1947) 33—46. — (23) HALL, C. E., Dark-Field Electron Microscopy. I. Studies of Crystalline Substances in Dark-Field, *J. Appl. Phys.* **19** (1948) 198—212. — (24) RANG, O., und H. SCHLUGE, Dunkelfeld-Mikroskopie mit definierten Gitter-Reflexen, *Optik* **9** (1952) 463—472. — (25) RUSKA, E., Zur Entwicklung der Übermikroskopie und über ihre Beziehungen zur Kolloidforschung, *Kolloid-Z.* **107** (1944) 2—16. — (26) GLASER, W., Bildentstehung und Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskops vom Standpunkt der Wellenmechanik, *Z. Phys.* **121** (1943) 647—666. — (27) HAINE, M. E., und T. MULVEY, The application and limitations of the edge-diffraction test for astigmatism in the electron microscope, *J. Sc. Instr.* **31** (1954) 326—332. — (28) CONRADY, A. E., Star Disks, *Monthly Not. Roy. Astron. Soc.* **79** (1919) 575. — (29) GLASER, W., Strenge Berechnung magnetischer Linsen der Feldform  $H = H_0/1 + (z/a)^2$ , *Z. Phys.* **117** (1941) 285—315. — (30) GLASER, W., Grundlagen der Elektronenoptik, Springer-Verlag, Wien, 1952, S. 387. — (31) Nach einem Vorschlag von S. LEISEGANG und O. WOLFF. — (32) RUSKA, E., DBP 916444 vom 15. 6. 51. — (33) LEISEGANG, S., Ein einfacher Stigmator für magnetische Elektronenlinsen, *Optik* **11** (1954) 49—60. — (34) v. BORRIES, B., Die energetischen Daten und Grenzen der Übermikroskopie, *Hab. T.H. Berlin* 1945, *Optik* **3** (1948) 321—377 und 389—412. — (35) DEUBNER, B., und F. HIEBER, Vergleichende Messungen an Aufsicht- und Durchsichtleuchtschirmen bei Elektronenanregung, *Z. f. angew. Phys.* **6** (1954) 112—115. — (36) LEISEGANG, S.,

Zur Zentrierung magnetischer Elektronenlinsen, *Optik* 11 (1954) 397—406. — (37) KÖNIG, H. und G. HELWIG, Über dünne aus Kohlenwasserstoffen durch Elektronen- oder Ionenbeschuß gebildete Schichten, *Z. Phys.* 129 (1951) 491—503. — (38) v. BORRIES, B. stellte 1950 die weniger strenge Forderung auf, das arithmetische Mittel der in den beiden astigmatischen Richtungen verschieden guten Punktauflösungen anzugeben. — (39) v. BORRIES, B., und E. RUSKA, Mikroskopie hoher Auflösung mit schnellen Elektronen, *Erg. d. exakt. Naturwiss.* 19 (1940) 237—322. — (40) v. ARDENNE, M., Zur Bestimmung des Auflösungsvermögens von Elektronenmikroskopen, *Phys. Z.* 42 (1941) 72—74. — (41) RUSKA, E., Über den Bau und die Bemessung von Polschuhlinsen für hochauflösende Elektronenmikroskope, *Arch. f. Elektrot.*, 38 (1944) 102—130. — (42) HILLIER, J., Further Improvement in the Resolving Power of the Electron Microscope, *J. Appl. Phys.* 17 (1946) 307—309. — (43) BEYERSDORFER, K., Über die Struktur des Graphitoxydrußes, *Optik* 7 (1950) 192—198. — (44) RUSKA, E., vgl. diese Arbeit. — (45) LEISEGANG, S., Über Versuche mit einer stark gekühlten Objektpatrone, *Proceedings of the International Conference on Electron Microscopy*, London, 1954, im Druck. — (46) LEISEGANG, S., Zur Erwärmung elektronenmikroskopischer Objekte bei kleinem Strahlquerschnitt, *Proceedings of the International Conference on Electron Microscopy*, London, 1954, im Druck.

[Eingegangen am 19. Juli 1955]