

Objektkühleinrichtung zum ELMISKOP I A und ELMISKOP I

Eg 1/6

Juli 1964

Verwendung

Bei einigen elektronenmikroskopischen Untersuchungen besteht der Wunsch, Objektveränderungen in Abhängigkeit von der Objekttemperatur zu beobachten. Die zum ELMISKOP I A und ELMISKOP I lieferbare Objektkühleinrichtung, Listen-Nr. 171 007a, ermöglicht derartige Untersuchungen bei Temperaturen unter 0°C (Bild 1). Es lassen sich Objekttemperaturen bis etwa -110°C während der Objektbeobachtung meßbar einstellen. Routineuntersuchungen sind jedoch nur mit Einschränkungen möglich, da das Arbeiten mit der Objektkühleinrichtung größere Geschicklichkeit beim Experimentieren voraussetzt und außerdem die Objektwechselzeiten länger sind. Mit der Objektkühleinrichtung kann auch eine geringere Objektverschmutzung erreicht werden, da die restlichen Kohlenwasserstoffe in unmittelbarer Umgebung des Objekts ausfrieren und sich damit ihr Dampfdruck erniedrigt. In diesem Falle sind Temperaturen um -80°C zu wählen. Bei tieferen Temperaturen könnte ein Materieabbau am Objekt eintreten. Das gilt vor allem für kohlenstoffhaltige Substanzen, z. B. organische Präparate.

Speziell für das verschmutzungsfreie Mikroskopieren ist jedoch die Einrichtung für Objektraumkühlung bestimmt, die zum Lieferumfang des ELMISKOP I A gehört und für das ELMISKOP I nachträglich bestellt werden kann. Eine eingehende Beschreibung dieser Einrichtung enthält das Geräteblatt Eg 1/3.

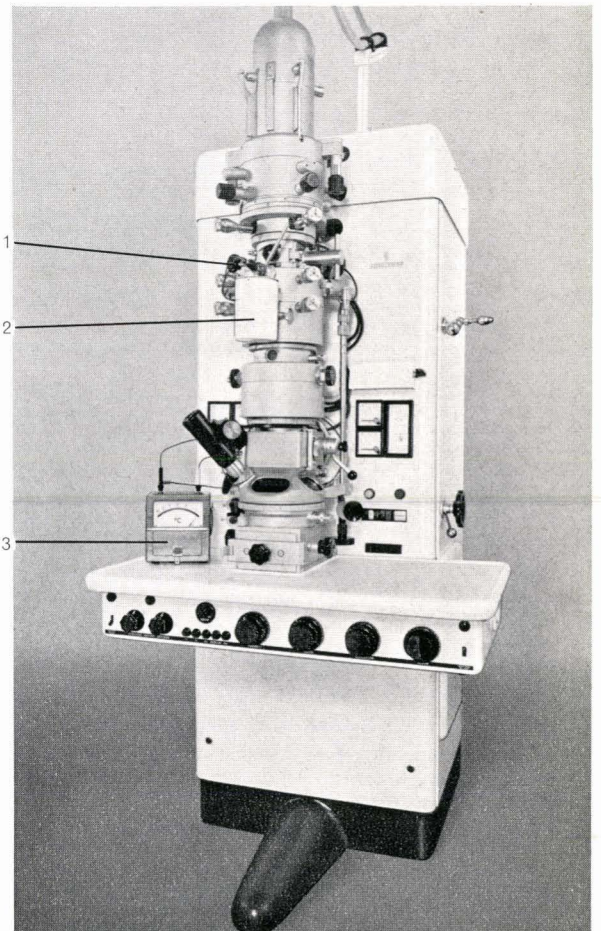
Stereobetrieb und Betrieb der Einrichtung für Objektraumkühlung, Listen-Nr. 171 047, sind bei Verwendung der Objektkühleinrichtung, Listen-Nr. 171 007a, nicht möglich.

Arbeitsweise

In die Mikroskopröhre wird vakuumdicht und thermisch isoliert ein Kühlfinger (1) aus Kupfer eingeschraubt, der das Objekt in der Objektpatrone kühlt. Dazu drückt eine Feder die Stirnfläche des Kühlfingers gegen das Ansatzstück einer in die Patrone eingeschraubten kupfernen Kühlbuchse. In diese ist von unten eine ebenfalls aus Kupfer bestehende Präparatblendenfassung geschraubt, die das Objekt enthält. Außerhalb der Mikroskopröhre befindet sich am Kühlfinger zur Ableitung der Wärme eine Kupferlitze, die in ein mit flüssiger Luft gefülltes Thermogefäß (2) taucht. Die Kühltemperatur an der Objektpatrone wird thermoelektrisch gemessen und von einem transportablen Temperaturmeßinstrument (3) angezeigt. Sie läßt sich am Kühlfinger in einem Bereich von -60 bis -110°C einstellen.

Während des Kühlens kann unabhängig von der Elektronenbestrahlung eine unerwünschte Kondensation auf dem Objekt erfolgen, wobei es sich vorwiegend um das Ausfrieren von Feuchtigkeit handelt, die noch im Mikroskop vorhanden ist. Dieser Effekt wird durch ungenügend vorgetrocknete Fotoplatten oder Feuchtigkeit im Objekt noch verstärkt.

Um das Temperaturgleichgewicht nicht zu stören, sind die Objekte so zu bestrahlen, daß der Durchmesser des bestrahlten Bereichs möglichst klein ist.



- 1 Kühlfinger
- 2 Thermogefäß in Schutzbehälter
- 3 Temperaturmeßinstrument

Bild 1 ELMISKOP I mit Objektkühleinrichtung

Ausführung

Der spezielle Objektverstelltisch (22 in Bild 6) für die kühlbare Objektpatrone unterscheidet sich von der Normalausführung durch eine Einfräsung für den Kühlfinger und das Fehlen der zur Stereo-Einrichtung gehörenden Teile. Die kühlbare Objektpatrone (Bild 2) besteht aus einem Patronenkörper (4) aus Bronze, in den eine Kühlbuchse (8) aus Kupfer thermisch isoliert eingeschraubt ist. Die Buchse ist mit einem Ansatzstück versehen, in dessen polierte Andruckfläche (6) ein Konstantan-Kontaktstück eingelassen ist. Das Ansatzstück bildet die „kalte“ Lötstelle eines Thermoelementes Kupfer-Konstantan, wenn der Kühlfinger gegen die Fläche (6) gedrückt wird. Das Objekt liegt in einer ebenfalls aus Kupfer gefertigten Präparatblendenfassung, die aus einer Buchse (9) und einer Blendenfassung (10 oder 11) besteht.

Als Präparatträger dienen Einloch- und Siebenlochblenden sowie Präparatnetze, jeweils mit 2,4 mm Außendurchmesser. Bei Verwendung von Präparatnetzen muß zusätzlich ein Ausgleichsring aus Kupfer in die Blendenfassung eingelegt werden. Zum Einlegen der Präparatträger stehen zwei Objektblendenfassungen zur Verfügung. Von der gewählten Fassung ist der beobachtbare Objektbereich abhängig. Bei der normalen Objektblendenfassung (Bild 3) beträgt der Durchmesser des beobachtbaren Objektbereiches 1 mm, da nur der Präparatträger (12) in der Blendenfassung (10) liegt und diese im Abstand von 0,2 bis 0,4 mm über der 150- μ m-Zentrierblende (15) im Objektivpolschuh (14) entsprechend der möglichen Objektischverstellung bewegt wird. Dem Vorteil eines großen Gesichtsfeldes steht jedoch als Nachteil gegenüber, daß bei dieser Anordnung häufig eine geringe Präparatverschmutzung beobachtet wurde. Bei der Objektblendenfassung für Vorblende (Bild 4) liegt die Vorblende (13) unter dem Objektträger (12) in der Blendenfassung (11). Der Durchmesser des beobachtbaren Objektbereiches ist also durch die Bohrung der Vorblende auf 150 μ m begrenzt. Die Vorblende (13) hat die

Aufgabe, das Eindringen von Kohlenwasserstoff-Restgasen in den Objektraum zu behindern. Sie setzt die Wahrscheinlichkeit des Eindringens erheblich herab. Gleichzeitig wird durch die Kühlung der Dampfdruck der Restgase vermindert. Der Kühlfinger (Bild 5) ist ein durchbohrter Kupferstab, an dem eine Kupferlitze befestigt ist. Ein durch die Bohrung isoliert bis an die Fingerspitze geführter Konstantandraht stellt den Kontakt mit dem Konstantan-Kontaktstück in der Kühlbuchse der Objektpatrone her. Über die Verbindungsleitungen (18) wird die Thermospannung dem Temperaturmeßinstrument (3 in Bild 6) zugeführt. Der Kühlfinger kann mit dem Rückstellhebel (17) von der Objektpatrone abgezogen werden. Der zwischen Kupferlitze und Kühlfinger angeordnete Kupferzylinder (19) läßt sich auf- und niederschrauben. Dadurch wird der Wärmeleitwiderstand verändert und so die Temperatur für die Objektpatrone eingestellt. Als Behälter für das Kühlmittel (flüssige Luft) dient ein Thermogefäß (2a) in einem Schutzbehälter (2), der mit der Halterung (2b in Bild 6) am Objektiv befestigt wird. Zum Messen der Kühltemperatur läßt sich anstelle des Temperaturmeßinstruments (3 in Bild 6) auch ein Kompensator für Spannungen von 0 bis 6 mV verwenden, für dessen Aufbau auf Wunsch Angaben vom Werk (Berlin-Siemensstadt) gemacht werden. Das Messen mit einem Kompensator hat den Vorteil, daß im Thermokreis kein Strom fließt und somit Schwankungen des Übergangswiderstandes keinen Einfluß auf das Meßergebnis haben.

Bild 2 Kühlbare Objektpatrone

- 4 Patronenkörper
- 6 Andruckfläche mit Konstantan-Kontaktstück
- 8 Kühlbuchse aus Kupfer
- 9 Buchse der Präparatblendenfassung
- 10 Blendenfassung ohne Vorblende zum Einsetzen eines Präparatträgers

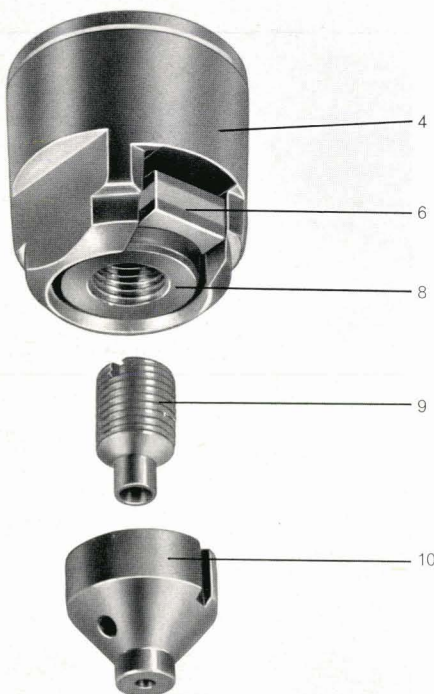
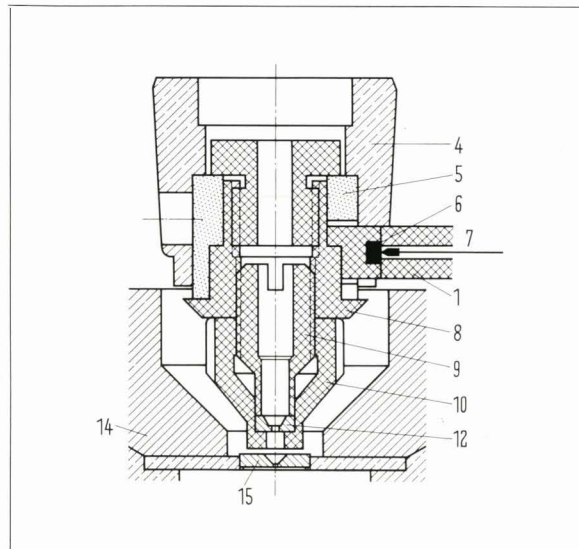


Bild 3 Schnitt durch die kühlbare Objektpatrone mit normaler Präparatblendenfassung

- 1 Kühlfinger
- 4 Patronenkörper aus Bronze
- 5 Isolierbuchse aus Trolitul
- 6 Andruckfläche mit Konstantan-Kontaktstück
- 7 Konstantandraht des Thermoelements
- 8 Kühlbuchse aus Kupfer
- 9 Buchse der Präparatblendenfassung aus Kupfer
- 10 Blendenfassung ohne Vorblende zum Einsetzen eines Präparatträgers
- 12 Präparatblende (oder Netz mit Ausgleichsring)
- 14 Objektivpolschuh
- 15 150- μ m-Zentrierblende im Objektivpolschuh



Einbau

Die Objektkühleinrichtung läßt sich in alle Elektronenmikroskope Typ ELMISKOP I und ELMISKOP I A einbauen. Bei älteren Geräten müssen jedoch die nachstehend aufgeführten Änderungen durchgeführt werden, damit die Kühleinrichtung störungsfrei arbeiten kann. Diese Änderungen können an Ort und Stelle vom Service oder vom Kunden ausgeführt werden, wenn eine gute mechanische Werkstatt zur Verfügung steht. Lediglich für die unter Punkt 1. angeführten Umbauarbeiten sollte das Objektiv ins Werk Berlin-Siemensstadt eingesandt werden.

Umbauarbeiten an älteren Geräten

1. ELMISKOP I von Fabr.-Nr. 133 bis 152 **ohne** nachträglich eingebaute erweiterte Objektischverstellung:

- Die Bohrung für den Stereotrieb im Objektiv ist von 6,5 mm ϕ auf 8 mm ϕ aufzubohren.
- Die Stößel der Objektischführung sind so weit abzuflachen, daß sich der Kühlfinger zwanglos einführen läßt.
- Das obere Linsenteil und das Mittelteil (Käfig) im Objektivpolschuh sind auszubauen und das mitgelieferte Linsenteil (Durchmesser der Bohrung 5,6 mm) und das Mittelteil sind einzubauen. Der Objektivpolschuh ist zu korrigieren. Er kann dann auch für Normalbetrieb ohne Objektkühleinrichtung verwendet werden. Es besteht auch die Möglichkeit, einen kompletten Objektivpolschuh, Listen-Nr. 171 060, gesondert zu bestellen, so daß der bereits vorhandene Objektivpolschuh für Normalbetrieb und der zusätzliche Polschuh für Betrieb mit Objektkühleinrichtung eingesetzt werden kann.

2. ELMISKOP I von Fabr.-Nr. 153 bis 232 **ohne** nachträglich eingebaute erweiterte Objektischverstellung:

Es sind Arbeiten wie unter 1b) und 1c) beschrieben durchzuführen.

3. ELMISKOP I von Fabr.-Nr. 133 bis 232 mit nachträglich eingebauter erweiterter Objektischverstellung ($\pm 0,8$ mm) und ab Fabr.-Nr. 233:

Keine Umbauarbeit erforderlich.

Hinweise: Für das Arbeiten mit der Objektkühleinrichtung ist es von Vorteil, wenn das ELMISKOP I mit einer Reihenaufnahmekassette mit Schleuse, Listen-Nr. 171 070, ausgerüstet ist. Beim Plattenwechsel ist es dann nicht nötig, das gesamte Mikroskoprohr zu belüften. Die Kühlung des Präparates wird also nicht unterbrochen. Weitere Vorteile bringt das kombinierte Be- und Entlüftungsventil, Listen-Nr. 171 068, das es gestattet, die Schleusenkammer beim Einschleusen von Objekten bis auf etwa 1 Torr vorzuevakuieren. Das kombinierte Ventil läßt sich in alle Mikroskope bis Fabr.-Nr. 1188 nachträglich einbauen. Ab Fabr.-Nr. 1189 ist das ELMISKOP I bereits serienmäßig mit einem Entlüftungsventil an der Objektschleuse ausgestattet. Das gleiche gilt für das ELMISKOP I A.

Bild 4 Schnitt durch die kühlbare Objektpatrone mit Präparatblendenfassung für Vorblende

- Kühlfinger aus Kupfer
- Patronenkörper aus Bronze
- Isolierbuchse aus Trolitul
- Andruckfläche aus Kupfer mit Konstantan-Kontaktstück
- Konstantendraht des Thermoelements
- Kühlbuchse aus Kupfer
- Buchse der Präparatblendenfassung aus Kupfer
- Blendenfassung für Präparatträger und Vorblende
- Präparatblende (oder Netz mit Ausgleichsring)
- 150- μ m-Vorblende

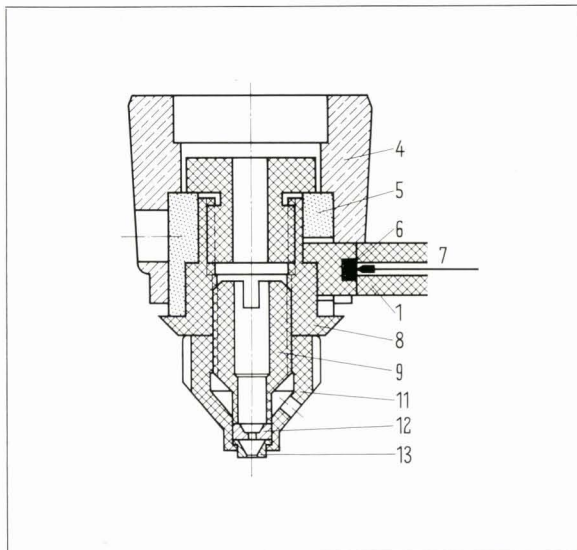
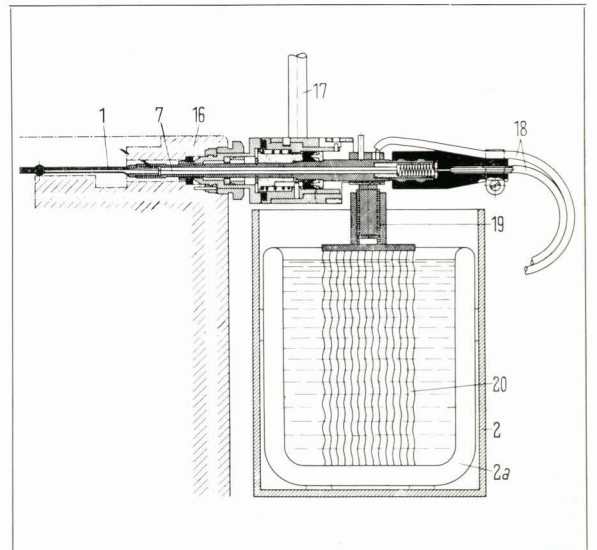


Bild 5 Schematische Darstellung des Kühlfingers und des Thermogefäßes im Schutzbehälter

- Kühlfinger aus Kupfer
- Schutzbehälter
- Thermogefäß für Kühlmittel
- Objektiv
- Rückstellhebel des Kühlfingers
- Verbindungsleitungen zum Temperaturmeßinstrument
- Kupferzylinder zur Temperatureinstellung
- Kupferlitze





- 1 Kühlfinger
- 1a Schutzhülse für den Kühlfinger
- 2 Thermogefäß in Schutzbehälter mit Deckel
- 2b Halterung für Schutzbehälter
- 3 Temperaturmeßinstrument in Edelholzgehäuse
- 21 Erdungsleitung
- 22 Objektverstelltisch
- 23 Sechskantschlüssel (Schlüsselweite 12 mm)
- 24 Sechskantschlüssel (Schlüsselweite 22 mm)
- 25

Bild 6 Teile der Objektkühleinrichtung

Technische Daten

Einstellbarer Temperaturbereich	-60 bis -110 °C bei Kühlung mit flüssiger Luft
Meßbereich des Temperaturmeßinstruments	-160 bis +20 °C
Kühlmittelbedarf	etwa 150 cm ³ /h (eine Füllung des Thermogefäßes reicht für etwa 30 min)
Objektträger	Blenden und Netze mit 2,4 mm Außendurchmesser
Objektwechselzeit	etwa 5 min

Bestellangaben

	Listen-Nr.	Preis
Objektkühleinrichtung mit Temperaturmeßinstrument	171 007a	
Zusätzlich erforderlich für Geräte von Fabr.-Nr. 133 bis 232: Mittelteil für Objektivpolschuh	171 074	
Oberes Linsenteil für Objektivpolschuh	171 073	
Zusätzlich empfohlen für Geräte von Fabr.-Nr. 288 bis 1049: Reihenaufnahmekassette mit Schleuse	171 020	
für Geräte bis Fabr.-Nr. 1188: kombiniertes Be- und Entlüftungsventil	171 068	
Präparatträger Präparat-Einlochblende	171 142	
Präparat-Siebenlochblende	171 140	
Kupfernetze, je 100 Stück	171 150	
Ausgleichsring aus Kupfer	171 151	
Ersatzteile Thermogefäß	171 056	
Kühlbare Objektpatrone	171 057	
Blendenfassung für Präparatblende und Vorblende	171 058	
150-µm-Vorblende	171 059	
Blendenfassung für Präparatblende ohne Vorblende	171 061	
150-µm-Zentrierblende	171 173	
Nutringmanschette 8 x 16 x 6	171 504	
Rundschnurring 19 x 3	171 315	
Ringdichtung 8 x 12 x 10	171 617	
Objektverstelltisch für die kühlbare Objektpatrone	171 676	
Kühlfinger mit Schutzkappe	171 677	
Halterung für den Schutzbehälter	171 678	
Schutzbehälter mit Deckel	171 679	
Erdungsleitung	171 680	
Temperaturmeßinstrument in Edelholzgehäuse	171 008	
Sechskantschlüssel, Schlüsselweite 22 mm	171 681	
Sechskantschlüssel, Schlüsselweite 12 mm	171 682	

Lieferumfang

- 1 Objektverstelltisch in Sonderausführung (22 in Bild 6)
- 1 kühlbare Objektpatrone (Bild 2)
- 6 normale Objektblendenfassungen (10 in Bild 3)
- 1 Objektblendenfassung für Präparatblende und Vorblende (11 in Bild 4)
- 1 150-µm-Vorblende (13 in Bild 4)
- 2 150-µm-Zentrierblende (15 in Bild 3)
- 1 Kühlfinger mit Schutzkappe (1 und 1a in Bild 6)
- 1 Halterung (2b in Bild 6)
- 1 Schutzbehälter mit Deckel (2 in Bild 6)
- 1 Thermogefäß (Dewargefäß) (in 2)
- 1 Erdungsleitung (21 in Bild 6)
- 1 Temperaturmeßinstrument in Edelholzgehäuse (3 in Bild 6)
- 1 Sechskantschlüssel, Schlüsselweite 12 mm (23 in Bild 6)
- 1 Sechskantschlüssel, Schlüsselweite 22 mm (24 in Bild 6)

- Zusätzlich erforderlich** für Geräte von Fabr.-Nr. 133 bis 232:
 1 Objektivpolschuhmittelteil (nicht abgebildet)
 1 oberes Linsenteil für Objektivpolschuh (nicht abgebildet)