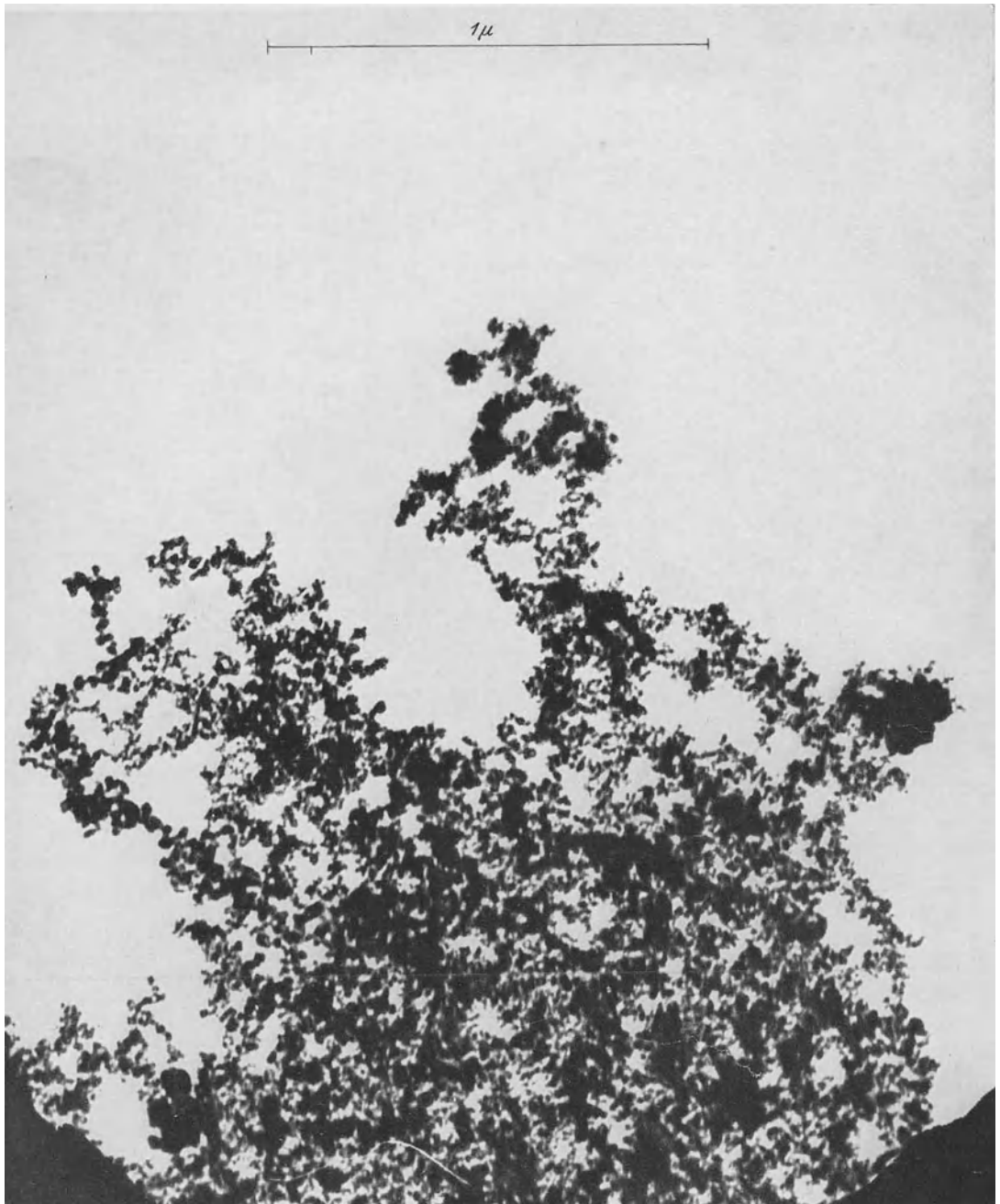


# Elektronen-Übermikroskopie



Aufnahme von Eisen-III-Oxyd aus Eisenpentakarbonyl mit dem Universal-Elektronenmikroskop.  
Vergrößerung 64 000fach. Aus der Feinstruktur in den Ketten folgt für das Bildoriginal ein Auflösungsvermögen von etwa  $3 \cdot 10^{-8}$  mm (30 AE). Das Stereobild des gleichen Objektes zeigt z. B., daß das oberste Kettensystem sich in der Betrachtungsrichtung mit ungefähr  $1 \mu$  Höhe aus dem Kern der Flocke heraushebt.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

# Elektronen- Übermikroskopie

Physik · Technik · Ergebnisse

Von

Manfred von Ardenne

Mit einem Titelbild,  
einer photographischen Tafel  
und 404 Abbildungen



Berlin  
Verlag von Julius Springer  
1940

ISBN-13: 978-3-642-47103-2 e-ISBN-13: 978-3-642-47348-7  
DOI: 10.1007/978-3-642-47348-7

Alle Rechte, insbesondere das der Übersetzung  
in fremde Sprachen, vorbehalten.

Copyright 1940 by Julius Springer in Berlin.  
Softcover reprint of the hardcover 1st edition 1940

Dem Andenken  
meines am 21. September 1939  
vor Warschau gefallenen Bruders  
**GOTHILO**  
gewidmet

## Vorwort.

Die Untersuchung des Feinbaues anorganischer und organischer Materie bildet seit den Anfängen exakter naturwissenschaftlicher Forschung eine ihrer wichtigsten Aufgaben. Die Erfolge bei der Bearbeitung dieses Gebietes wurden im wesentlichen auf zwei einander entgegengesetzten Wegen erzielt, die sich dadurch unterscheiden, daß bei dem einen die Erkenntnis der gröberen Struktur aus einem „Verstehen“ der feineren Struktur gewissermaßen synthetisch gewonnen wird, während man bei dem anderen mehr analytischen Wege aus der Kenntnis der gröberen Struktur den feineren Aufbau zu ermitteln versucht.

Die synthetische Richtung vom Kleinen zum Größeren befolgen wir bei der Erforschung des Aufbaues komplizierter Atome und Moleküle, während der Weg vom Größeren zum Kleinen bei der mikroskopischen Analyse beschritten wird.

Der erste Weg, vom Einfachen zum Komplizierten, liegt dem menschlichen Verstande näher; er ist jedoch bei den außerordentlich kleinen Objekten, um die es sich hier handelt, auf indirekte Methoden zur Ermittlung der Grundbausteine und ihrer Größenverhältnisse angewiesen, stellt hohe Anforderungen an unser Vorstellungsvermögen und versagt schließlich mit zunehmender Kompliziertheit der Objekte. Der zweite Weg gewährt bildmäßige Einblicke und liefert damit Ergebnisse, die dem menschlichen Vorstellungsvermögen unmittelbar angepaßt sind. Dieser Weg, soweit er dem Lichtmikroskop vorbehalten war, hat nach einer rund 300jährigen Entwicklungszeit, nachdem E. ABBE die Apochromatobjektive entwickelt und die Ultraviolett-mikroskopie begründet hatte, einen gewissen Abschluß erreicht und in den letzten 50 Jahren in methodischer Hinsicht zu keinem wesentlichen Fortschritt geführt. So kommt es, daß beispielsweise bei den pflanzlichen und tierischen Geweben auch heute noch eine breite Lücke klafft zwischen der ziemlich gut bekannten molekularen Struktur und dem im Mikroskop sichtbaren morphologischen Bild.

In der allerletzten Zeit ist jedoch der mikroskopischen Forschung durch die Schaffung des *Elektronenmikroskops* ein entscheidender Impuls erteilt worden. An die Stelle des 50jährigen Stillstandes tritt jetzt eine stürmische Entwicklung. Während das Lichtmikroskop stets nur Strukturen erkennen läßt, die größer sind als  $1$  bis  $2 \cdot 10^{-4}$  mm, zeigen die Elektronenmikroskope heute Einzelheiten bis herab zu  $10^{-6}$  mm, und der Weg zur weiteren Verbesserung des Auflösungsvermögens ist bereits klar vorgezeichnet.

Was bedeutet ein Fortschritt von zwei Größenordnungen im Auflösungsvermögen? Dort, wo das Lichtmikroskop dem Auge des Beobachters nur einen einzigen Punkt sichtbar werden läßt, wird bei 100fach gesteigertem Auflösungsvermögen ein Bild mit 10000 Bildelementen erzeugt.

Wir stehen heute am Anfang des Eindringens in eine unbekannt Welt. Die umstehende Tafel (Abb. 1) mag eine Vorstellung über die dem unmittelbaren Einblick erschlossenen Dimensionen vermitteln und uns zugleich Beispiele für eine Anzahl wichtiger Beobachtungsobjekte liefern. In den neu erschlossenen Größenbereichen spielt sich ein wesentlicher Teil des organischen Lebens, und zwar in seinen einfachsten und daher am leichtesten erforschbaren Formen ab. Hierher gehören z. B. die Viren, die viele bis heute noch nicht wirksam bekämpfbare Krankheiten bei Mensch, Tier und Pflanze hervorrufen. Wir

finden weiter in diesem Bereiche übermolekulare Bausteine organischer Materie, ja sogar bereits *Moleküle* vieler organischer Verbindungen. Schließlich liegt in ihm das weite Feld der Kolloide. Über die Erforschung der wichtigsten Elementarkörper hinaus dürfen von der Elektronenmikroskopie neue Einblicke in die Zelle, in den Aufbau des Zellkernes, in die Träger der Vererbung und in normale und anormale biologische Vorgänge erwartet werden. Die Bilder, die das Elektronenmikroskop liefert und liefern wird, werden viele unserer bisherigen Vorstellungen bestätigen, andere aber auch zerstören. Vor allem aber wird man auf völlig neues Land stoßen.

Von der Schaffung eines neuen Instrumentes bis zur Erschließung neuer Erkenntnisse durch dieses Instrument ist stets ein weiter Weg gewesen. Für

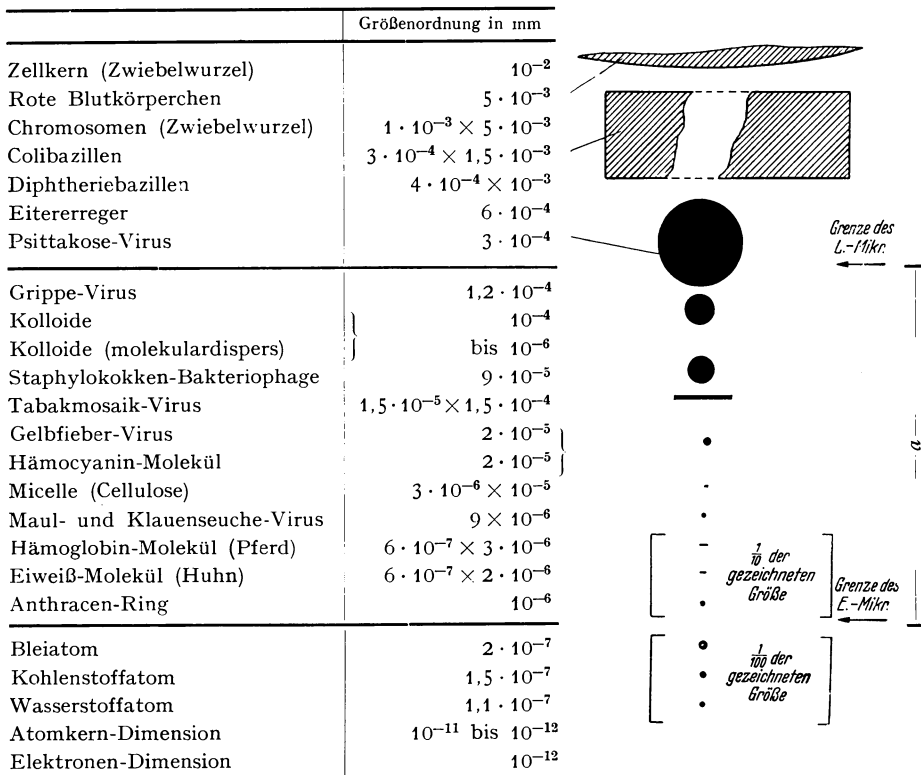


Abb. 1. Übersicht über die ungefähren Abmessungen einiger mikroskopischer und submikroskopischer Objekte.

die Fülle der Forschungsaufgaben, die in der Kompliziertheit des zu Erforschenden begründet liegt, bedarf es der Mitarbeit vieler. Bei der Eigenart der elektronenmikroskopischen Methoden und Konstruktionen ist die Teilnahme weiterer Kreise an der aktiven Forschungsarbeit nur denkbar, wenn in einem gewissen Umfange das im Laufe der Entwicklungsarbeiten an Elektronenmikroskopen erworbene Spezialwissen zusammenhängend dargestellt wird. Aus diesem Grunde hat sich der Verfasser zur Niederschrift des vorliegenden Buches entschlossen. Es enthält auch in erheblichem Umfange Konstruktionen, Erkenntnisse und Ergebnisse, die noch nicht zur Veröffentlichung gelangt sind. Die seit Anfang 1937 — zu einem Teil in Zusammenarbeit mit den *Siemenswerken* und später in Zusammenarbeit mit dem *Kaiser Wilhelm-Institut für physikalische Chemie* — im

Laboratorium des Verfassers durchgeführten Arbeiten am normalen Elektronenmikroskop, am Stereo- und Dunkelfeld-Übermikroskop, an den Elektronensonden-Mikroskopen und an der Entwicklung von Schneide- und Präpariermethoden für elektronenmikroskopische Zwecke bilden den Hauptinhalt des Buches. Hierdurch ist vielleicht eine gewisse Einseitigkeit gegeben, die der Verfasser jedoch durch häufiges Heranziehen der Arbeiten dritter Stellen zu mildern versucht hat.

Vergegenwärtigen wir uns die Natur der im Elektronenmikroskop angewandten physikalischen Prozesse, und überblicken wir die gewaltigen Leistungen und Möglichkeiten dieser durch Elektronenstrahlen und Elektronenoptik erschlossenen, jungen Technik, so müssen wir staunend von einer prophetischen Äußerung E. ABBES Kenntnis nehmen, die dieser im Jahre 1878 veröffentlichte<sup>1</sup>:

„Nach allem, was im Gesichtskreis unserer heutigen Wissenschaft liegt, ist der Tragweite unserer Sehorgane durch die Natur des Lichtes selbst eine Grenze gesetzt, die mit dem Rüstzeug unserer dermaligen Naturkenntnis nicht zu überschreiten ist. Es bleibt natürlich der Trost, daß zwischen Himmel und Erde noch so Manches ist, von dem sich unser Unverstand nichts träumen läßt. Vielleicht, daß es in der Zukunft dem menschlichen Geist gelingt, sich noch Prozesse und Kräfte dienstbar zu machen, welche auf ganz anderen Wegen die Schranken überschreiten lassen, welche uns jetzt als unübersteiglich erscheinen müssen. Das ist auch mein Gedanke. Nur glaube ich, daß diejenigen Werkzeuge, welche dereinst vielleicht unsere Sinne in der Erforschung der letzten Elemente der Körperwelt wirksamer als die heutigen Mikroskope unterstützen, mit diesen kaum etwas anderes als den Namen gemeinsam haben werden.“

Seit den Zeiten E. ABBES ist die Entwicklung des Lichtmikroskopes eine rein deutsche Angelegenheit gewesen. Die Elektronenmikroskopie ist von ihren ersten Anfängen an bis heute ausschließlich in Deutschland wirksam gefördert worden und setzt damit eine alte Tradition fort. Möge das vorliegende Buch dazu beitragen, daß bei uns auch in Zukunft dem weiten Felde übermikroskopischer Forschung — und zwar trotz der großen hierzu aufzuwendenden Mittel — stets besondere aktive Aufmerksamkeit erhalten bleibt.

Für die Bereitstellung von Mitteln zur Durchführung einer großen Anzahl in diesem Buch zitierter und enthaltener Arbeiten ist der Verfasser der *Deutschen Forschungsgemeinschaft* und der *Siemens & Halske A.G.* verpflichtet. Herrn Dr. HERMANN VON SIEMENS und dem Direktor des Kaiser Wilhelm-Institutes für physikalische Chemie und Elektrochemie, Herrn Professor THIESSEN, hat der Verfasser für das ihm entgegengebrachte Vertrauen zu danken, weiterhin auch Herrn HERBERT REIBEDANZ für seine unermüdliche Hilfe bei der Anfertigung der Konstruktionszeichnungen und zahlreicher Kurven-darstellungen des Buches.

Berlin-Lichterfelde-Ost, im Frühjahr 1940.

**MANFRED BARON VON ARDENNE.**

<sup>1</sup> Aus E. ABBE: Die optischen Hilfsmittel der Mikroskopie. Bericht über die wissenschaftlichen Apparate auf der Londoner internationalen Ausstellung im Jahre 1876. Braunschweig: F. Vieweg & Sohn 1878. S. 411.



# Inhaltsverzeichnis.

	Seite
<b>A. Allgemeine Grundlagen</b> . . . . .	1
I. Eigenschaften der Elektronenstrahlung . . . . .	1
1. Die Ablenkgesetze der Elektronenstrahlung . . . . .	2
2. Die Wellenlänge der Elektronenstrahlung . . . . .	6
II. Elektrostatische Sammellinsen . . . . .	7
1. Die elektrostatische Einzellinse . . . . .	8
2. Die elektrostatische Beschleunigungslinse . . . . .	9
3. Elektrostatische Einzellinse kürzester Brennweite . . . . .	9
III. Magnetische Sammellinsen . . . . .	12
1. Einfache Spulen . . . . .	12
2. Eisengekapselte und Polschuhlinsen kürzester Brennweite . . . . .	14
IV. Die Elektronenquelle . . . . .	18
1. Die Kathode . . . . .	18
2. Das Strahlerzeugungssystem . . . . .	20
V. Elektronenindikatoren . . . . .	23
1. Der Leuchtschirm . . . . .	23
2. Die photographische Schicht . . . . .	27
<b>B. Die theoretischen Grundlagen des Elektronenmikroskopes</b> . . . . .	30
I. Wirkungsweise . . . . .	30
1. Abbildung von Objekten mit Eigen- oder Fremdstrahlung . . . . .	30
2. Strahlengang des Elektronenmikroskopes . . . . .	32
3. Die Entstehung der Bildkontraste . . . . .	35
4. Hellfeld- und Dunkelfeld-Beleuchtung . . . . .	37
II. Die Grenzen für das Auflösungsvermögen . . . . .	38
1. Der Beugungsfehler . . . . .	39
2. Der Raumladungsfehler . . . . .	41
3. Der Öffnungsfehler . . . . .	41
a) Zusammensetzung des Öffnungsfehlers aus verschiedenen Bildfehlern . . . . .	41
b) Berechnung und Messung des Öffnungsfehlers . . . . .	43
c) Die Größe des Öffnungsfehlers bei magnetischen Polschuhlinsen und kurbrennweitigen elektrischen Einzellinsen . . . . .	45
4. Der chromatische Fehler . . . . .	47
a) Der einfache chromatische Fehler . . . . .	48
b) Der chromatische Auslenkfehler bei mangelhafter Blendzentrierung . . . . .	52
c) Der chromatische Auslenkfehler bei mangelhafter Objektzentrierung . . . . .	53
5. Der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung . . . . .	54
6. Der Fehler durch magnetische Störfelder . . . . .	55
7. Der Gesamtfehler . . . . .	56
8. Die Grenzen für die Kontraststeuerung . . . . .	59

	Seite
9. Intensitätsfragen und Auflösungsvermögen . . . . .	62
a) Die Stromdichte des Endbildes . . . . .	62
b) Belichtungszeit und Auflösungsvermögen . . . . .	63
c) Leuchtschirmhelligkeit und Auflösungsvermögen . . . . .	64
d) Einstellung des Beleuchtungssystems auf kleine Objektbelastung . . . . .	65
e) Ultramikroskopie des Elektronenmikroskopes . . . . .	67
<b>C. Die theoretischen Grundlagen der Elektronensonden-Mikroskope . . . . .</b>	<b>69</b>
I. Wirkungsweise . . . . .	69
1. Prinzip der Elektronensonden-Mikroskope . . . . .	70
a) Elektronen-Rastermikroskop . . . . .	70
b) Elektronen-Schattenmikroskop . . . . .	71
c) Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop . . . . .	72
2. Herstellung der Elektronensonde . . . . .	75
3. Die Ablenkung der Elektronensonde . . . . .	75
4. Die verschiedenen Beleuchtungsarten beim Rastermikroskop . . . . .	77
5. Die Untersuchung von Objekten in Luft . . . . .	78
II. Die Grenzen für das Auflösungsvermögen . . . . .	80
1. Der Beugungsfehler . . . . .	80
2. Der Raumladungsfehler . . . . .	81
3. Der Öffnungsfehler . . . . .	83
4. Der chromatische Fehler . . . . .	83
5. Der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung . . . . .	83
6. Der Fehler durch magnetische Störfelder . . . . .	84
7. Der Gesamtfehler . . . . .	84
8. Die Grenzen für die Kontraststeuerung . . . . .	85
9. Intensitätsfragen und Auflösungsvermögen . . . . .	87
a) Die Intensität der Elektronensonde . . . . .	88
b) Verschiedene Elektronenindikatoren und ihre Grenzempfindlichkeit . . . . .	88
c) Die Intensitätsverhältnisse bei Aufsichtbeobachtung mit dem Rastermikroskop . . . . .	92
<b>D. Elektronenstrahlung und Objekt . . . . .</b>	<b>96</b>
I. Die durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehler und ihr Verhältnis zueinander . . . . .	96
1. Die räumliche Streuung von Elektronen in Objektschichten . . . . .	96
2. Streufehler, Kontrasterkennbarkeit und mittlere Objektenebenentiefe . . . . .	97
3. Vergleich von Streufehler und chromatischem Abbildungsfehler . . . . .	98
II. Die Größe der Objektbelastung . . . . .	100
1. Energieaufnahme im Objekt . . . . .	100
2. Ladungsaufnahme und Ionisierung im Objekt . . . . .	103
III. Die Empfindlichkeit lebender Substanz gegen Elektronenbestrahlung . . . . .	105
<b>E. Wichtige Größen für die Dimensionierung von Elektronenmikroskopen . . . . .</b>	<b>108</b>
I. Die Größe und Abschirmung störender Magnetfelder . . . . .	108
1. Größe der Gleichfeldschwankungen . . . . .	108
2. Größe der 50-Perioden-Streufelder . . . . .	110
3. Die Verteilung der Störimpfindlichkeit längs der Achse eines elektronenmikroskopischen Strahlenganges . . . . .	111
4. Die Abschirmung statischer Magnetfelder durch Hohlzylinder . . . . .	113
5. Die Abschirmung magnetischer Wechselfelder durch Hohlzylinder . . . . .	114
II. Das Auflösungsvermögen photographischer Schichten für Elektronenstrahlung . . . . .	116
1. Die theoretische Abschätzung des Auflösungsvermögens . . . . .	117
2. Untersuchung des Auflösungsvermögens mit der Elektronensonde . . . . .	118
3. Ergebnisse mit normalen Photoschichten und bindemittelfreien Schichten . . . . .	119

	Seite
III. Das Auflösungsvermögen von Leuchtschirmen für Elektronenstrahlung . . . . .	122
1. Steigerung der Leuchtbildhelligkeit durch vergrößernde Beobachtungsmittel großer Apertur . . . . .	123
2. Die Bestimmung des Auflösungsvermögens . . . . .	124
3. Einkristall- und Feinkorn-Leuchtschirme aus aktiviertem Zinksulfid und ihre Daten . . . . .	125
IV. Die Abschirmung schädlicher Röntgenstrahlung . . . . .	127
<b>F. Bauelemente und Hilfseinrichtungen der Elektronenmikroskope . . . . .</b>	<b>129</b>
I. Das Kathodensystem . . . . .	129
1. Kathodendaten und Lebensdauer . . . . .	129
2. Systemkonstruktion . . . . .	130
II. Die kurzbrennweitigen Elektronenlinsen . . . . .	132
1. Die Konstruktion elektrischer Linsen . . . . .	132
2. Die Konstruktion magnetischer Linsen . . . . .	136
III. Die Objekthalterungen und Objektschleusen . . . . .	138
1. Die Ausführung des Objektträgers . . . . .	139
2. Die Objektbewegung . . . . .	142
3. Die Objektschleuse . . . . .	143
IV. Kamera und Photomaterialschleuse . . . . .	150
1. Die Plattenkamera . . . . .	151
2. Die Filmkamera . . . . .	155
V. Blenden und Bohrvorrichtungen für kleinste Blendlöcher . . . . .	156
1. Die Ausführung der Blenden . . . . .	156
2. Mechanische Bohrvorrichtungen . . . . .	157
3. Die Ionensonde als Bohrvorrichtung . . . . .	162
4. Die Kreuzspaltblende . . . . .	165
5. Mikroskopische Hilfseinrichtung zur Zentrierung der Blenden . . . . .	167
<b>G. Die Vakuumtechnik der Elektronenmikroskope . . . . .</b>	<b>169</b>
I. Das erforderliche Vakuum . . . . .	169
II. Die Pumpanlage . . . . .	170
III. Vakuummessung und Suche nach Undichtigkeiten . . . . .	175
IV. Vakuumtechnische Konstruktionselemente . . . . .	178
1. Vakuumdichtungen . . . . .	178
2. Vakuumlötungen . . . . .	180
3. Schiffe und federnde Verbindungen . . . . .	181
<b>H. Die Hochspannungsanlagen der Elektronenmikroskope . . . . .</b>	<b>183</b>
I. Die Messung von Schwankungen der Hochspannung . . . . .	183
1. Einfluß von Anodenspannungsschwankungen auf die Bildschärfe . . . . .	183
2. Meßeinrichtung zur Kontrolle der Schärfeneinstellung . . . . .	185
a) Prinzip . . . . .	185
b) Ausführung . . . . .	187
c) Erreichte Meßgenauigkeiten . . . . .	190
II. Hochspannungsanlagen großer Spannungskonstanz . . . . .	191
1. Die wichtigsten Wege zur Erzeugung gleichbleibender Hochspannungen . . . . .	191
2. Schaltung, Ausführung und Ergebnisse einer Anlage mit magnetischen Gleichhaltern . . . . .	196

	Seite
<b>J. Die praktische Ausführung des Elektronenmikroskopes</b> . . . . .	201
I. Die Dimensionierung . . . . .	201
II. Die Gesamtkonstruktion . . . . .	203
III. Das Kondensorsystem . . . . .	214
IV. Das Objekt- und Objektivsystem . . . . .	218
V. Das Projektionslinsensystem . . . . .	224
VI. Die Kamera . . . . .	226
VII. Die Scharfstellung . . . . .	228
<b>K. Die praktische Ausführung der Elektronensonden-Mikroskope</b> . . . . .	231
I. Die Dimensionierung . . . . .	231
II. Herstellung der Elektronensonde . . . . .	232
III. Herstellung des Objektrasters beim Rastermikroskop . . . . .	238
IV. Die Registriereinrichtung der Sondenmikroskope . . . . .	240
V. Die Scharfstellung der Sondenmikroskope . . . . .	247
<b>L. Objektpräparierungstechnik</b> . . . . .	254
I. Die verschiedenen Arten elektronenmikroskopischer Präparate . . . . .	254
II. Die Keilschnittmethode zur Herstellung von Mikrotomschnitten mit weniger als $10^{-3}$ mm Stärke . . . . .	259
1. Theorie des Schneidevorganges . . . . .	259
2. Mikrotommesser und Kleinformatschnitt . . . . .	260
3. Das Prinzip der Keilschnittmethode . . . . .	262
4. Konstruktive Ausführung des Keilschnittmikrotoms . . . . .	264
5. Praktische Herstellung der Keilschnitte . . . . .	266
6. Ergebnisse . . . . .	267
III. Objekte auf Folien . . . . .	269
1. Herstellung von Objektträgerfolien bestimmter Dicke . . . . .	269
2. Aufbringung von Objektpartikeln auf die Trägerfolie . . . . .	272
3. Verhalten der Folienpräparate bei Durchstrahlung mit Elektronen . . . . .	274
IV. Die Verwendung der Strahlungs sond en für Mikromanipulationen . . . . .	276
<b>M. Die Bestimmung des Auflösungsvermögens</b> . . . . .	278
I. Die verschiedenen Methoden . . . . .	278
II. Die praktische Durchführung der Bestimmung . . . . .	278
<b>N. Stereo-Elektronenmikroskopie</b> . . . . .	281
I. Die Grundlagen . . . . .	281
II. Verschiedene Anordnungen zur Gewinnung stereoskopischer Teilbilder bei Elektronenmikroskopen . . . . .	282
<b>O. Die Ergebnisse der Elektronen-Übermikroskopie auf den verschiedenen An- wendungsgebieten</b> . . . . .	287
I. Die Anwendung des Elektronenmikroskopes auf physikalische, chemische und technische Probleme . . . . .	287
1. Die Sichtbarmachung von Molekülen . . . . .	287
2. Die Sichtbarmachung von Atom- und Molekülkomplexen . . . . .	293
a) Korpuskulare Metallkolloide . . . . .	295
b) Staube und Rauche . . . . .	301
c) Farbstoffe . . . . .	319
d) Katalysatoren . . . . .	324
e) Hochpolymere organische Verbindungen . . . . .	332
f) Photochemische Reaktionsprodukte . . . . .	345

	Seite
3. Gestalts- und Oberflächenanalyse größerer Objekte . . . . .	349
a) Untersuchungen von plättchenförmigen Systemen . . . . .	350
b) Untersuchung von Oberflächen . . . . .	353
c) Untersuchung der Substanzaufteilung bei größeren Objekten . . . . .	356
II. Die Anwendung des Elektronenmikroskopes in Biologie und Medizin . . . . .	358
1. Untersuchung von Proteinen und Virusarten . . . . .	360
2. Untersuchung von Bakterien . . . . .	366
3. Untersuchung von Zellstrukturen . . . . .	379
4. Untersuchung größerer Objekte . . . . .	386
<b>P. Namen- und Sachverzeichnis . . . . .</b>	<b>390</b>

# A. Allgemeine Grundlagen.

## I. Eigenschaften der Elektronenstrahlung.

Die Wahrnehmungen in der Umwelt mit Hilfe des Auges beruhen darauf, daß Lichtstrahlen des sichtbaren Wellenbereiches auf die Netzhaut einwirken. Wir sehen die Gegenstände und Erscheinungen unserer Umgebung entweder durch das von ihnen reflektierte oder unmittelbar ausgehende Licht. Die Möglichkeit der optischen Abbildung, die sowohl im menschlichen Auge selbst als auch bei den verschiedenen Instrumenten der gewöhnlichen Lichtoptik (Lupe, Mikroskop, Fernrohr, Photoapparat) ausgenutzt wird, beruht auf folgenden zwei Grundgesetzen der geometrischen Optik:

1. Das Licht pflanzt sich in durchsichtigen, homogenen Medien geradlinig fort.

2. Das Licht wird an der Trennungsfläche bzw. im Übergangsraum zweier verschiedener optischer Medien gesetzmäßig abgelenkt (gebrochen oder reflektiert).

Mit Hilfe geeignet geformter Linsen oder Spiegel, deren Hauptmerkmal darin besteht, daß mit zunehmendem Abstand von der Hauptachse die Strahlenbrechung oder -ablenkung gleichmäßig zu- oder abnimmt, lassen sich Strahlengänge herbeiführen, durch die Gegenstände vergrößert oder verkleinert abgebildet werden. Die hierbei entstehenden reellen Bilder können dabei entweder direkt betrachtet oder auf einer photographischen Schicht festgehalten werden.

Wie die Ergebnisse der *geometrischen Elektronenoptik*<sup>1</sup>, die sich aus der Physik der Elektronenstrahl-Oszillographen und Fernsehröhren entwickelt hat, gezeigt haben, lassen sich auch mit Hilfe der Elektronenstrahlen Körper abbilden und sichtbar machen bzw. photographieren. Auch hierbei erscheint wieder der abzubildende Gegenstand entweder durch seine eigene Strahlung (Glühkathode, Photokathode usw.) oder durch seine Beeinflussung und Absorption der Strahlung einer fremden Elektronenquelle. Trotz der physikalischen Verschiedenheit von Licht- und Elektronenstrahlung sind analoge Grundgesetze festgestellt worden, die eine verzerrungsfreie Abbildung gestatten.

1. Die Elektronenstrahlung breitet sich im luftleeren, feldgleichen Raum geradlinig aus.

2. Die Elektronenstrahlung läßt sich durch elektrische oder magnetische Felder gesetzmäßig ablenken.

---

<sup>1</sup> Die geometrische Elektronenoptik gründet sich auf theoretische Arbeiten von H. BUSCH. Die in ihnen enthaltene Erkenntnis der magnetischen Elektronenlinse wurde durch Arbeiten von E. BRÜCHE und H. JOHANNSON auf das elektrostatische Prinzip erweitert. Die erste zusammenfassende Darstellung findet sich bei M. KNOLL u. E. RUSKA: Beitrag zur geometrischen Elektronenoptik. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 12 (1932) Heft 5 S. 607. Man vergleiche hierzu ferner das Buch: E. BRÜCHE u. O. SCHERZER: Geometrische Elektronenoptik, Berlin: Julius Springer 1934 und die dort zitierten älteren Literaturstellen.

Durch Ablenkfelder, die gegenüber der Hauptachse rotationssymmetrisch sind, lassen sich *Elektronenlinsen* herstellen, mit deren Hilfe, wie in der Lichtoptik, Gegenstände vergrößert oder verkleinert abgebildet werden können. Für das menschliche Auge kann die Elektronenstrahlung durch Schirme aus geeigneten Fluoreszenzmaterialien, durch Bildwandleranordnungen oder gegebenenfalls auch durch Mittel der noch stark ausbaufähigen Elektrooptik sichtbar gemacht bzw. durch Schwärzung photographischer Schichten festgehalten werden.

### 1. Die Ablenkgesetze der Elektronenstrahlung.

Die Ablenkbarkeit der Elektronenstrahlung durch elektrische und magnetische Felder erklärt sich aus der Kraftwirkung dieser Felder auf die den Elektronenstrahl bildenden, schnell bewegten negativen Elementarteilchen. Die Grundlage der *elektrischen* Elektronenablenkung ist die Feldkraft, die auf ein einzelnes ruhendes Elektron der Ladung  $-e$  wirkt. Der Kraftvektor besitzt gemäß der Darstellung Abb. 2 A 1 die Größe

$$\mathfrak{K} = -e \mathfrak{E}.$$

Die Kraft ist nach der traditionsgemäßen Festlegung des Vorzeichens der Feldstärke entgegengesetzt gerichtet und dieser proportional. Die Bewegung des Elektrons im elektrischen Felde berechnet sich nach den Grundgesetzen der Mechanik unter Berücksichtigung der Elektronenmasse  $m$ . Beispielsweise berechnet sich die Geschwindigkeit  $v$  von Elektronen, die durch ein Potential  $U$  von der Anfangsgeschwindigkeit 0 beschleunigt worden sind, nach dem Energieprinzip:

$$e \cdot U = \frac{1}{2} m v^2.$$

Die Endgeschwindigkeit besitzt demnach die Größe:

$$v = \sqrt{\frac{2e}{m} \cdot U}.$$

Gelangt ein mit der Geschwindigkeit  $v$  fliegendes Elektron in ein homogenes elektrisches Feld, dessen Feldlinien senkrecht zu der ursprünglichen Bewegungsrichtung des Elektrons stehen, so erfolgt die Ablenkung des Elektrons nach den gleichen Gesetzen, die für die Wurfbahn eines im Schwerfeld der Erde mit horizontaler Anfangsrichtung fliegenden Körpers maßgebend sind. Die Bahn eines Elektronenstrahles in einem solchen elektrischen Felde ist daher eine Parabel. Nach Durchlaufen eines homogenen elektrischen Feldes der Stärke  $\mathfrak{E}$  und der Länge  $l$  wird der Elektronenstrahl um den Winkel  $\Theta$  ausgelenkt. Der Tangens des Ablenkwinkels ist, wie die in Abb. 2 A 2 angegebenen Beziehungen erkennen lassen, proportional der Feldstärke. Das homogene elektrische Ablenkfeld wird durch den im besprochenen Beispiel gezeichneten Plattenkondensator hergestellt, wenn man von dem Streufelde in der Randzone des Plattenkondensators absieht. Die Rückwirkung des elektrischen Ablenkfeldes auf die Geschwindigkeit  $v$  des Elektrons, die durch Anlegung von gegen das beschleunigende Potential  $U$  symmetrischen Ablenkspannungen auf ein Minimum zu bringen ist, kann ebenfalls in diesem Zusammenhang vernachlässigt werden.

Die in Abb. 2 A 2 angegebene Beziehung für die Auslenkung des Elektronenstrahles gilt für den Fall, daß das ablenkende Feld in erster Näherung senkrecht

zum Elektronenstrahl steht. Trifft der Elektronenstrahl Potentialflächen unter Winkeln, die von  $0^\circ$  bzw.  $90^\circ$  verschieden sind, so tritt an den Sprungstellen des Potentials eine Strahlenbrechung ein, die nach ähnlichen Gesetzen wie in der Lichtoptik erfolgt. Gemäß Abb. 3 oben werde ein Elektronenstrahl betrachtet, der mit der Geschwindigkeit  $v_1$  unter dem Winkel  $\alpha$  auf eine Fläche auftrifft, zu deren beiden Seiten das Potential verschiedene Werte  $U_1$  und  $U_2$  besitzt. Die Geschwindigkeit  $v_1$  kann in zwei Komponente  $v_{1x}$  in Richtung der Trennungsfläche und  $v_{1y}$  in normaler Richtung zur Fläche zerlegt werden. Nach Durchlaufen der Fläche bleibt die  $x$ -Komponente der Geschwindigkeit erhalten, da in dieser Richtung keine Kraft auf die Strahlelektronen wirkt.

Beispiele:

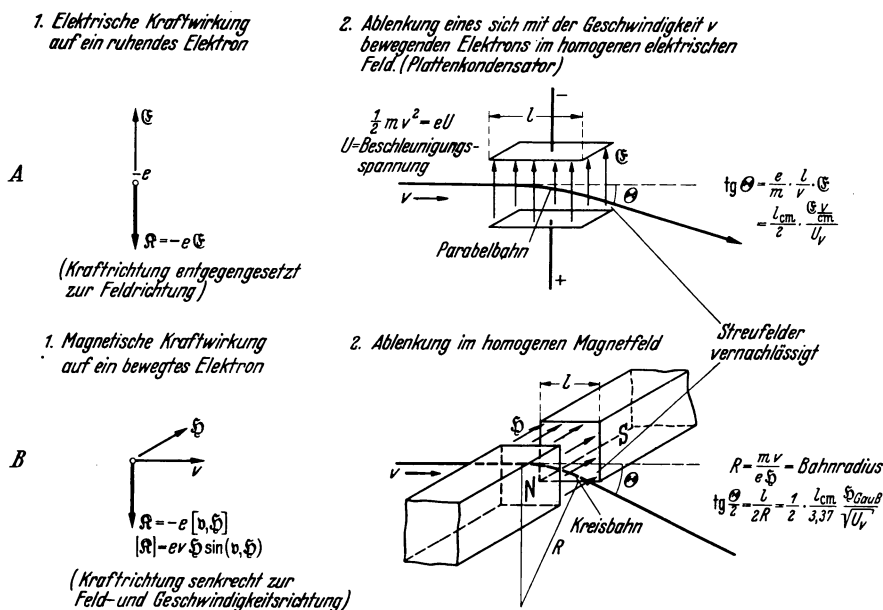


Abb. 2 A und B. Die Grundgesetze der Elektronenablenkung.

Die Normalkomponente der Geschwindigkeit dagegen erfährt eine Änderung. Aus diesen einfachen Zusammenhängen folgt nach Abb. 3 das *elektronenoptische Brechungsgesetz* für die Beziehungen zwischen Einfallswinkel:

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_2}{v_1} = \sqrt{\frac{U_2}{U_1}}$$

Das Analogon zum optischen Brechungsindex ist der elektronenoptische Brechungsindex:

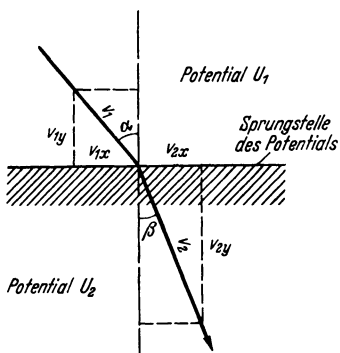
$$n = \sqrt{\frac{U_2}{U_1}}$$

Im Vergleich zum optischen Brechungsindex ist der Bereich der numerischen Werte für den elektronenoptischen Brechungsindex größer, indem durch beliebige Spannungswahl entsprechende  $n$ -Werte erzielbar sind.

Der bei elektrostatischen Elektronenlinsen besonders wichtige Fall der Strahlenbrechung an mehreren unmittelbar nacheinander folgenden Potentialflächen



ist in Abb. 3 A an einem einfachen Beispiel für parallele Flächen mit ansteigendem Potential erläutert. Der Potentialanstieg, der in Wirklichkeit meist völlig stetig verläuft, ist in dem gezeichneten Beispiel auf eine Anzahl von Stufen verteilt. Die Sprungstellen des Potentials sind jeweils in der Mitte zwischen zwei Potentialflächen angenommen worden. Wird der Gesamtpotentialanstieg auf eine große Anzahl von Einzelstufen verteilt, so läßt sich die Elektronenbahn im Übergangsraum mit hinreichender Genauigkeit auf Grund des elektronenoptischen Brechungsgesetzes zeichnerisch konstruieren.



$$v_{1x} = v_{2x},$$

$$\sin \alpha = \frac{v_{1x}}{v_1},$$

$$\sin \beta = \frac{v_{2x}}{v_2} = \frac{v_{1x}}{v_2},$$

Brechungsgesetz:  $\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{v_2}{v_1} = \sqrt{\frac{U_2}{U_1}} = n$

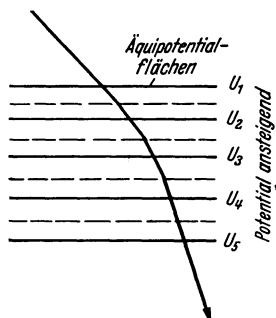
$n =$  Brechungsindex

(optisches Brechungsgesetz:  $\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = n$ ).

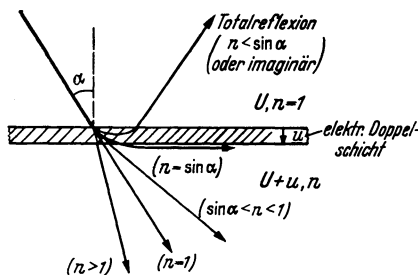
Beispiele:

$$n = \sqrt{1 + \frac{u}{U}},$$

$$u = U_2 - U_1, \quad U = U_1$$



A. Brechung an parallelen Flächen zunehmenden Potentials.



B. Brechung oder Spiegelung an einer Doppelschicht.

Abb. 3 A und B. Das elektrische Brechungsgesetz für Elektronenstrahlen.

Ein weiteres Beispiel zum Brechungsgesetz ist durch Abb. 3 B gegeben, das die Brechung bzw. Spiegelung des Elektronenstrahles an einer einzigen elektrischen Doppelschicht erläutert. Der Brechungsindex ist durch Einführung des Potentialsprunges  $u$  in der Doppelschicht auf die Form gebracht:

$$n = \sqrt{1 + \frac{u}{U}}.$$

Je nach der Größe des Verhältnisses  $u/U$  können  $n$ -Werte größer als 1, gleich 1 und kleiner als 1 bis zu imaginären Werten erreicht werden. Den verschiedenen  $n$ -Werten entspricht eine Strahlenbrechung zum Einfallslot hin, brechungsfreier

Durchgang, Strahlenbrechung vom Einfallslot weg und Totalreflexion. Der letztere Fall hat praktische Bedeutung zum Sperren eines Elektronenstromes, beispielsweise mit Hilfe des weiter unten besprochenen Wehnelt-Zylinders.

Die *magnetische* Elektronenablenkung, die in der Elektronenoptik ebenfalls von größter Bedeutung ist, beruht auf den einem Stromfaden entsprechenden Eigenschaften des Elektronenstrahles. Das Magnetfeld übt auf den Elektronenstrahl die gleichen Ablenkkräfte aus, die aus der Elektrodynamik für stromdurchflossene Leiter bekannt sind. Aus diesem Grunde wirkt das Magnetfeld ablenkend nur auf bewegte Elektronen, denn nur die letzteren ergeben einen Stromfluß. Zur Berechnung der Ablenkung wird wieder, wie im elektrischen Falle, die Kraftwirkung auf ein einzelnes Elektron zugrunde gelegt. Auf ein mit der Geschwindigkeit  $v$  fliegendes Elektron, das als stromdurchflossenes Leiterelement aufgefaßt werden kann, wirkt die LORENZsche Kraft  $\mathfrak{R}$ , deren Richtung senkrecht auf der Feld- und Geschwindigkeitsrichtung steht. Die Kraft wird dargestellt als Vektorprodukt in der Form:

$$\mathfrak{R} = -e [\mathbf{v}, \boldsymbol{\zeta}].$$

Ihr absoluter Betrag ist gemäß Abb. 2 B dem Sinus des Winkels zwischen Feld- und Geschwindigkeitsrichtung proportional. Die aus diesen Zusammenhängen folgende Tatsache, daß durch beliebige Magnetfelder niemals die Geschwindigkeit der Elektronen verändert werden kann, weil die Kräfte stets senkrecht auf der Geschwindigkeit stehen, ist von grundsätzlicher Bedeutung für die Anwendung magnetischer Ablenkungen und magnetischer Linsen.

Der Fall der Ablenkung eines Elektronenstrahles durch ein homogenes, senkrecht zur Strahlrichtung stehendes magnetisches Feld der Länge  $l$  wird durch das Beispiel Abb. 2 B 2 veranschaulicht. Unter dem Einfluß der konstanten Kraft  $e v \boldsymbol{\zeta}$  durchlaufen die Elektronen eine Kreisbahn, deren Radius sich aus dem Gesetz für die Zentrifugalkraft:

$$\frac{m v^2}{R} = e v \boldsymbol{\zeta}$$

berechnet.

Bei der Besprechung der Elektronenablenkung durch elektrostatische Felder wurden bereits verschiedene formale Übereinstimmungen mit Gesetzen der geometrischen Lichtoptik festgestellt. Weitere formale Übereinstimmungen zwischen Elektronen- und Lichtstrahlung ergeben sich aus der Wellennatur der Elektronenstrahlen.

## 2. Die Wellenlänge der Elektronenstrahlen.

Schon bei der Lichtstrahlung ist das Nebeneinanderbestehen von Welleneigenschaften (Interferenz, Polarisation) und Korpuskulareigenschaften (Photoeffekt, Comptoneffekt) bekannt. Deshalb ist das Bestehen von Welleneigenschaften bei einer Korpuskularstrahlung wie der Elektronenstrahlung nicht ganz überraschend, wenn auch heute in beiden Fällen die näheren Zusammenhänge zwischen Wellen- und Korpuskulareigenschaften der gleichen Strahlung noch nicht erkannt sind.

Bereits vor einem Jahrhundert wies HAMILTON auf die formale Übereinstimmung zwischen dem FERMATSchen Prinzip der Lichtoptik und dem Prinzip der kleinsten Wirkung der Mechanik hin. Das FERMATSche Prinzip besagt, daß unter allen möglichen Bahnen das Licht denjenigen Weg einschlägt, für den

der Lichtweg (Summe geometrische Wegstücke  $\times$  Brechungsindizes der Medien) ein Minimum wird. Nach dem HAMILTONSchen Prinzip zeichnet sich die Bewegung eines mechanischen Systems dadurch aus, daß eine der Wirkung entsprechende Funktion zwischen zwei Lagen des Systems für die Gesamtbewegungszeit ein Minimum wird.

Aus dem formalen Vergleich der beiden Extremalprinzipien folgt, daß der Brechungsindex der Geschwindigkeit eines Körpers der Mechanik umgekehrt proportional ist. Diese allgemeine Feststellung ergab sich für Elektronenstrahlung bereits aus dem elektronenoptischen Brechungsgesetz. Zur Bestimmung der Proportionalitätskonstanten dient die Annahme, daß die Gruppengeschwindigkeit des Wellenvorganges gleich der Geschwindigkeit des Materieteilchens sein soll. Die Frequenz  $\nu$  wird durch die Quantenbeziehung für den kleinsten Energiebetrag der Strahlung

$$E = h \cdot \nu$$

eingeführt. Die Ausführung der Rechnung ergibt dann, daß einem mit der Geschwindigkeit  $v$  bewegten Materieteilchen der Masse  $m$  eine Wellenlänge

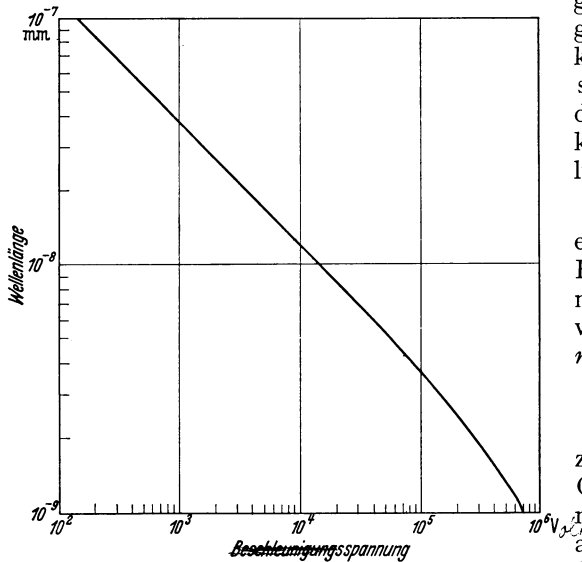
$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v}$$

zugeordnet werden kann. Diese Grundgleichung der Wellenmechanik wurde zuerst von DE BROGLIE abgeleitet. Die *de Broglie-Wellenlänge der Elektronenstrahlung* läßt sich durch Einsetzen von  $v$  in die obige Geschwindigkeitsgleichung

$$\frac{1}{2} m v^2 = e U$$

berechnen zu:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 m e U}}.$$



$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} = \sqrt{\frac{149,1}{U} \cdot (1 - 0,5 \cdot 10^{-6} U)} \cdot 10^{-7}$$

$\lambda$  = De Broglie-Wellenlänge (mm),  
 $U$  = Beschleunigungsspannung (V),  
 $h$  = PLANCKSches Wirkungsquantum,  
 $m$  = Elektronenmasse,  
 $v$  = Elektronengeschwindigkeit.

Abb. 4. Die Wellenlänge der Elektronenstrahlung in Abhängigkeit von der Voltgeschwindigkeit.

Die Abhängigkeit der Elektronenwellenlänge von der Beschleunigungsspannung  $U$  ist in Abb. 4 unter Berücksichtigung der relativistischen Massenkorrektur dargestellt.

Die Wellennatur der Elektronenstrahlung und die zahlenmäßige Gültigkeit der Formel für die Elektronenwellenlänge konnte aus Elektronenbeugungsbildern bei Durchstrahlung von Kristallen mit bekanntem Gitteraufbau, insbesondere von dünnen Metallfolien, experimentell bewiesen werden. Die Gegenüberstellung zweier *Beugungsbilder* an Silber, von denen das eine mit Röntgenstrahlen (Mo-K-Strahlung) und das andere mit Elektronenstrahlen ( $U = 36$  kV) erzielt wurde, bringt Abb. 5. Durch unterschiedliche Abstandswahl sind hier, trotzdem die Wellenlängen um mehr als eine Größenordnung voneinander abweichen, die sich entsprechenden Ringe auf annähernd gleiche Abmessungen gebracht.

Das Eingehen auf den Wellencharakter der Elektronenstrahlung ist gerade für das Gebiet der Elektronen-Übermikroskopie von besonderer Bedeutung, weil ganz allgemein in der Mikroskopie das Auflösungsvermögen durch die Wellenlänge der abbildenden Strahlung bestimmt wird, während die Bemessung der Abbildungsmittel eine Aufgabe der geometrischen Optik bildet.

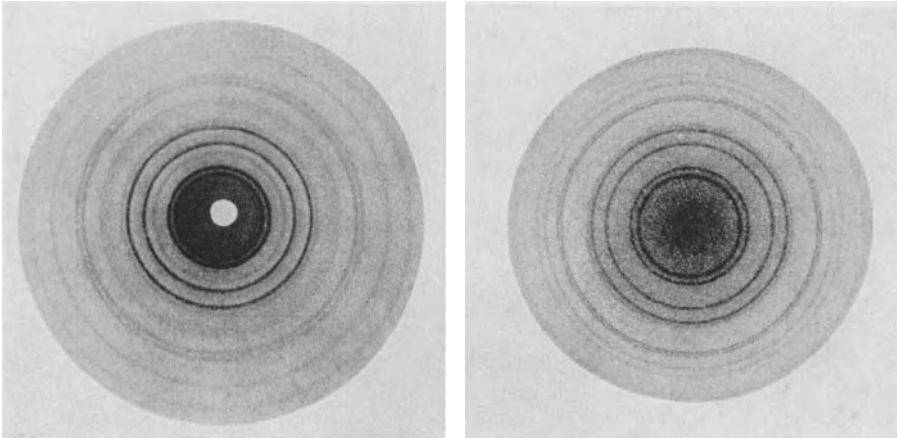
Elektronenstrahlung  $\lambda = 0,0645 \text{ \AA}$ .Röntgenstrahlung  $\lambda = 0,71 \text{ \AA}$ .

Abb. 5. DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen an feinkristallinem Silber. (Aufnahmen R. WIERL, 1931.)

## II. Elektrostatische Sammellinsen.

Aus der formalen Übereinstimmung des optischen und elektronenoptischen Brechungsgesetzes folgt die Möglichkeit einer Herstellung elektrostatischer Elektronenlinsen. Da gut leitende und zugleich für Elektronen „klar durchsichtige“ sphärische Flächen bisher praktisch nicht ausgeführt worden sind, gelingt die Verwirklichung einzelner brechender Linsenflächen in der Elektronenoptik nicht. Man ist daher dazu übergegangen, mit Hilfe geeigneter Elektronenanordnungen rotationssymmetrische Felder herzustellen, die in ihrer Wirkungsweise einer Hintereinanderschaltung vieler Linsenflächen entsprechen. Die Potentialflächen jedes rotationssymmetrischen Feldes können in der Nähe der Achse als hinreichend kugelförmig angesehen werden, so daß *jedes rotationssymmetrische Feld für achsennahe Strahlen eine Elektronenlinse darstellt.*

Als Elektroden für elektrische Linsen haben metallische Lochblenden und Hohlzylinder Bedeutung erlangt. Eine frühe Anwendung solcher, an bestimmte Potentiale gelegter Elektroden zur Sammlung von Elektronenstrahlen findet sich in der Technik der BRAUNschen Röhren<sup>1</sup>. Erst mit diesem Hilfsmittel sind damals brauchbare Fernsbilder auf Fluoreszenzschirmen erreicht worden, trotzdem die allgemeine elektronenoptische Betrachtungsweise noch nicht eingeführt war und die Systemdimensionierung erleichterte. Aufbauend auf theoretische Vorarbeiten von H. BUSCH und experimentellen Arbeiten von E. BRÜCHE

<sup>1</sup> GEORGE, R. H.: A new type of hot cathode oscillograph and its application to the automatic recording of lightning and switching surges. J. Amer. Inst. electr. Engrs. Bd. 48 (1929) S. 534. — ARDENNE, M. v.: Die BRAUNsche Röhre als Fernsehempfänger. Z. Fernsehen Bd. 1 (1930) Heft 5 S. 193.

haben JOHANNSON und SCHERZER<sup>1</sup> erstmalig eine Theorie<sup>2</sup> der elektrischen Elektronensammellinse gegeben und praktisch bestätigt.

### 1. Die elektrostatische Einzellinse.

Das Potentialfeld einer *elektrostatischen Einzellinse*<sup>3</sup> ist schematisch in Abb. 6A dargestellt. Es ist dadurch gekennzeichnet, daß das Potential vor und hinter der Linse gleich groß und im Innern der Linse durch eine mittlere Linsenelektrode

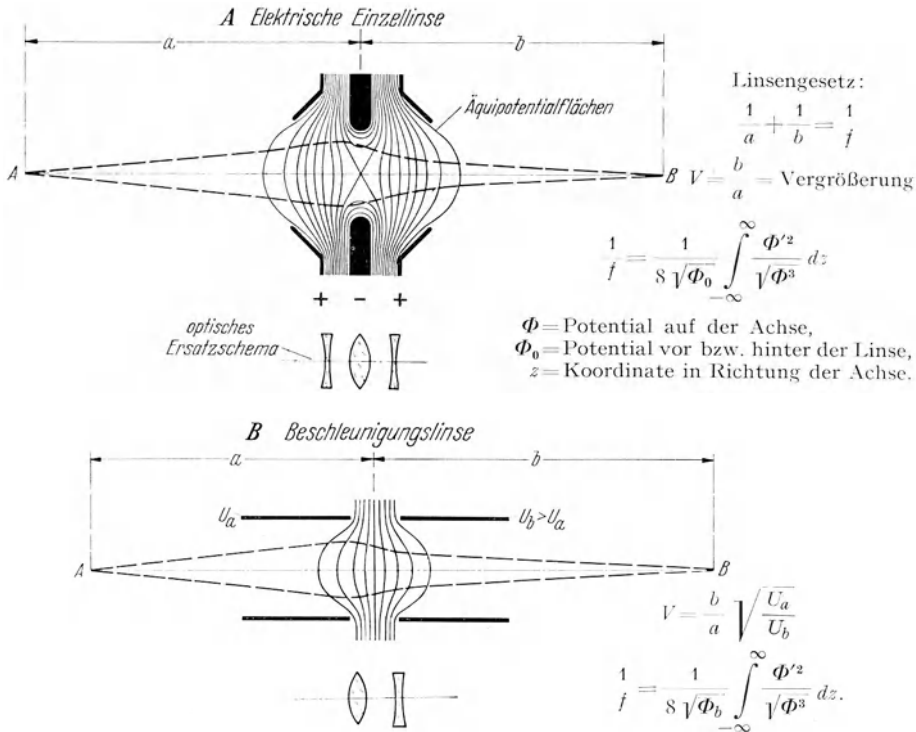


Abb. 6 A und B. Elektrostatische Sammellinsen.

auf abweichende Werte gebracht wird. Ist die Spannung der Linsenelektrode kleiner als die Spannung der Außenelektroden, so gilt das unten gezeichnete optische Ersatzschema. Maßgebend für das Vorzeichen der Linsenwirkung eines Feldabschnittes ist die Tatsache, ob die auf den Äquipotentialflächen senkrecht stehenden Feldlinien auf die Achse zu (Sammelwirkung) oder von ihr weg (Zerstreuungswirkung) gerichtet sind. Die Theorie der elektrischen *Einzellinse* zeigt, daß die gesamte Linse unabhängig davon, ob in ihrer Mitte eine Potentialabnahme oder Zunahme stattfindet, stets als *Sammellinse* wirken muß. Das Linsengesetz der Optik gilt auch für die elektrische Einzellinse. Ebenso ist die mit der Einzellinse erzielte *Vergrößerung* wie in der Optik *bestimmt durch das Verhältnis der Bildweite zur Gegenstandsweite*.

<sup>1</sup> JOHANNSEN, H. u. O. SCHERZER: Über die elektrische Elektronensammellinse. Z. Phys. Bd. 80 (1933) Heft 3/4 S. 183.

<sup>2</sup> Vgl. hierzu ferner die frühe Arbeit J. PICT: Beiträge zur Theorie der geometrischen Elektronenoptik. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 15 (1932) Heft 8 S. 926.

<sup>3</sup> BRÜCHE, E.: Die Geometrie des Beschleunigungsfeldes in ihrer Bedeutung für den gaskonzentrierten Elektronenstrahl. Z. Phys. Bd. 78 (1932) Heft 1/2 S. 26.

## 2. Die elektrostatische Beschleunigungslinse.

Eine andere wichtige elektrische Linse, die in Abb. 6B dargestellte *Beschleunigungslinse*, spielt in der Technik des Elektronenmikroskopes nur eine untergeordnete Rolle. Im Strahlerzeugungssystem und besonders in solchen Anordnungen, die zur Steigerung der Spannungssicherheit mit unterteilter Elektronenbeschleunigung arbeiten, treten jedoch Linsenwirkungen dieser Art auf, so daß auch die Eigenschaften dieser Linse besprochen werden sollen. Ihr Kennzeichen besteht darin, daß das Potential in der Linse ansteigt. Ebenso wie bei der Einzellinse können die das Feld bestimmenden Elektroden sehr verschiedene Formen besitzen, sofern sie nur rotationssymmetrisch gegenüber der optischen Achse sind. In Abb. 6 B wird die Linse durch zwei metallische Hohlzylinder gebildet, die auf die Potentiale  $U_a$  und  $U_b$  gebracht sind. Das optische Ersatzschema ist wieder unten in der gleichen Abbildung angegeben. Die sammelnde Wirkung überwiegt, weil im Bereich kleinerer Elektronengeschwindigkeiten, wo die Elektronen stärker beeinflußt werden, die Feldlinien (Flächennormalen) in Richtung auf die Achse zu verlaufen. Die Vergrößerung wird, wie in Abb. 6B angegeben, aus dem Produkt des geometrischen Abstandsverhältnisses mit der Wurzel aus dem Verhältnis der Potentiale vor und hinter der Linse, das heißt dem Verhältnis der Brechungsindizes, berechnet.

## 3. Elektrostatische Einzellinse kürzester Brennweite.

Schon in der Lichtmikroskopie wird das Hauptmerkmal des abbildenden optischen Systemes durch das *kurzbrennweitige Objektiv* gebildet. Kurze Objektivbrennweiten sind hier nicht nur zur Verringerung des Linsenvolumens üblich, sondern vor allen Dingen, weil bei gleichbleibendem Aperturwert der *Öffnungsfehler proportional mit der Brennweite abnimmt* und mit kurzer Baulänge des Mikroskopes große Vergrößerungen erzielbar werden. Auch in der Elektronen-Übermikroskopie sind Objektive extrem kurzer Brennweite notwendig. Nur mit Brennweiten von einigen Millimetern und weniger und durch gleichzeitige Anwendung von Aperturwerten, die zwei bis drei Größenordnungen unter den Aperturen der lichtmikroskopischen Objektive liegen, gelingt es, den Einfluß des Öffnungsfehlers auf die übermikroskopische Abbildung hinreichend auszuschalten. Auf die absolute Größe des Öffnungsfehlers und seine Abhängigkeit wird weiter unten eingegangen werden.

Der erforderliche Aperturwert des Objektivs wird durch metallische *Blenden* herbeigeführt, die im Falle elektrostatischer Linsen so angeordnet sein müssen, daß sie die Gestaltung der Äquipotentialflächen nicht stören. Beispielsweise läßt sich bei der Einzellinse die mittlere Elektrode als Aperturblende ausbilden, wodurch der Potentialverlauf in der Mittelzone in die Form paralleler Flächen gebracht wird. Die den kleinen Aperturwerten zugeordneten Blendbohrungen liegen praktisch in der Größenordnung  $10^{-2}$  bis  $10^{-3}$  mm. Über die Herstellung feiner Bohrungen in dünnen Metallblechen wird weiter unten im Abschnitt F V ausführlicher berichtet werden. Die Dicke der Blenden und auch der Blendränder muß stets so groß gewählt werden, daß die Blende nicht von der Elektronenstrahlung durchschlagen wird oder doch wenigstens eine starke Streuung bewirkt. Da andererseits jedoch eine saubere Bohrung mit mechanischen Mitteln um so leichter zu erzielen ist, je dünner das Metallblech bemessen wird, so hat es sich als zweckmäßig erwiesen, die *Blenden aus Materialien höchster Dichte* (z. B. aus Gold oder Tantal) herzustellen.

Die in Abb. 6 angegebenen *Brennweitenformeln* sind für achsennahe Strahlen unter Verwendung des Potentialverlaufes auf der optischen Achse abgeleitet

worden. Das Achsenpotential ist in diesen Formeln auf das Kathodenpotential Null bezogen. Da die Gleichungen homogen in  $\Phi$  sind, das heißt, die gleichen Potenzen von  $\Phi$  in Zähler und Nenner enthalten, ist die Vergrößerung aller Elektroden Spannungen, einschließlich der Beschleunigungsspannung, durch Multiplikation mit einem Faktor ohne Einfluß auf die Brennweite. Kurze Brennweiten lassen sich mit elektrostatischen Linsen, wie die Brennweitenformeln zeigen, nur durch einen sehr steilen Anstieg des Potentials auf der Achse herbeiführen. Die Steilheit dieses Anstieges kann bei gegebenem Elektroden system durch Verkleinerung des Betrages vom Potentialverhältnis Linsenelektrode und Anode vergrößert werden, bis eine Elektronenspiegelung oder ein Spannungsdurchschlag eintritt. Die konstruktiven Maßnahmen am System zur Vergrößerung des Potentialanstieges bzw. -abfalles laufen in erster Linie auf proportionale Verkleinerung aller Abmessungen hinaus. Da aus Gründen, die in späteren Abschnitten besprochen werden, für das Elektronenmikroskop stets sehr hohe Beschleunigungsspannungen (über 50 kV) erforderlich sind, nehmen die Feldstärken zwischen den Elektroden bald sehr hohe Werte an. Die Durchschlagsgrenze hat früher so gelegen, daß Brennweiten von wenigen Millimetern für die Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskopie nicht herstellbar waren.

Durch Anwendung der Erfahrungen der Höchstspannungstechnik<sup>1</sup> sind neuerdings auch die elektrostatischen Linsen in Richtung höherer Betriebsspannungen weiterentwickelt worden<sup>2</sup>. Sie haben gegenüber magnetischen Linsen den Vorteil, daß Sättigungseinflüsse (wie an den Spitzen magnetischer Polschuhlinen) fortfallen. Weiterhin besitzen sie den Vorzug einfacherer mechanischer Bauweise. Schließlich ist der von den Linsenelektroden in der Objektumgebung beanspruchte Raum kleiner. Die beiden zuletzt angeführten Eigenschaften bedeuten eine gewisse Erleichterung der Konstruktion von Objektträgern, Objektschleusen, magnetischen Abschirmungen, Blendwechseleinrichtungen und Auffangelektroden (beim Rastermikroskop).

Da die freien Weglängen der Gasmoleküle im Hochvakuum sehr groß sind (einige zehn Meter für Luft bei  $10^{-5}$  tor) gegenüber den Abmessungen der Entladungsräume, ist der Vorgang der Stoßionisation ohne Einfluß auf die Grenzspannung. Die letztere wird fast ausschließlich durch die *kalte Emission der Elektrodenoberflächen* bestimmt, die dadurch zustande kommt, daß Gasmoleküle unter dem Einfluß der hohen Feldstärke mit erheblicher Geschwindigkeit auf die Oberfläche aufprallen und dort Elektronen auslösen. Hieraus folgt die Zweckmäßigkeit eines möglichst hohen Vakuums und gut entgaster Elektrodenmetalle, sowie die Überlegenheit von Elektrodenmaterialien hoher Austrittsarbeit. Einen entscheidenden Einfluß auf die Spannungssicherheit hat weiterhin die *Oberflächenbeschaffenheit der Elektroden*. Durch eine rauhe Elektrodenoberfläche ergeben sich an einzelnen besonders ungünstigen Punkten der Oberfläche leicht Feldstärkensteigerungen um 1 bis 2 Größenordnungen. Große Spannungssicherheit bei kleinen Elektrodenabständen wird daher nur zu erreichen sein, wenn die dem Felde ausgesetzten Elektrodenteile nicht nur sorgfältig abgerundet, sondern gleichzeitig auf Hochglanz poliert sind. Unter Berücksichtigung aller vorstehenden Gesichtspunkte lassen sich Feldstärken bis zu  $5 \cdot 10^5$  V/cm betriebssicher beherrschen.

Die *Bauweise einer elektrischen Einzellinse für kurze Brennweiten bei hohen Spannungen* ist in Abb. 7 angegeben. Die freie Öffnung  $D$  der Außenelektroden

<sup>1</sup> Vgl. z. B. A. BOUWERS: Elektrische Höchstspannungen. Berlin: Julius Springer 1939.

<sup>2</sup> ARDENNE, M. V.: Über eine elektrostatische Hochspannungslinse kurzer Brennweite. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 36 S. 614 und H. BOERSCH: Das Elektronen-Schattenmikroskop I. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 12 S. 346.

wird zweckmäßig etwa gleich dem einfachen bis doppelten Abstand der Außenelektrode zur Mittelelektrode gewählt. Die kleinste Brennweite liegt etwa in der Größenordnung der freien Öffnung der Außenelektroden.

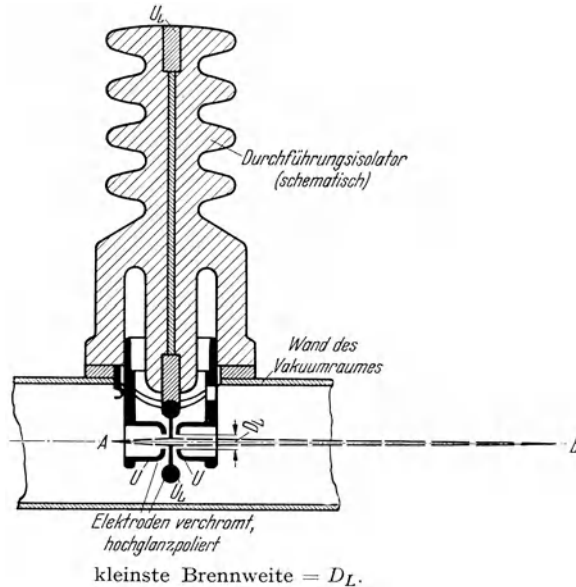
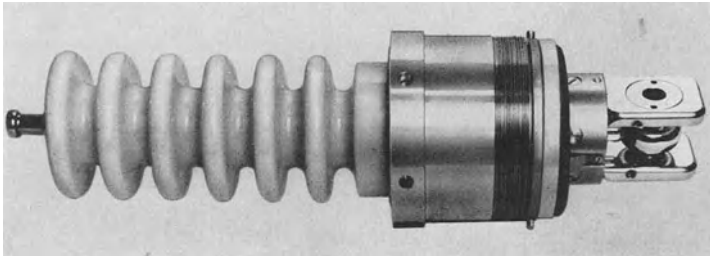


Abb. 7. Elektrostatische Einzellinse kürzester Brennweite (v. ARDENNE).

Die praktische Ausführung einer elektrostatischen Einzellinse kürzester Brennweite nach M. v. ARDENNE ist in Abb. 8 abgebildet. In der gleichen Abbildung



(Brennweite = 2,5 mm für 60 kV-Elektronen)

Abb. 8. Ausführung eines elektrostatischen Mikroskopobjektives.

ist auch die praktisch erreichte Brennweite und die Betriebsspannung des elektrostatischen Mikroobjektives angegeben.

Wird die Mittelelektrode nicht, wie bei der Bauweise Abb. 7, gleichzeitig als Aperturblende benutzt, sondern wird ihr eine große Öffnung gegeben, so kann die Mittelelektrode mit dem Kathodenpotential der Elektronenquelle verbunden werden, ohne daß eine Zurückspiegelung des Elektronenstrahles stattfindet. Durch Versuche im elektrolytischen Trog läßt sich dabei auf Grund bekannter Gesetzmäßigkeiten leicht derjenige Öffnungsdurchmesser der Mittelelektrode ermitteln, bei dem das Achsenpotential gerade noch nicht unter das Grenzpotential



der Reflexion sinkt, das heißt, bei dem die kürzeste Objektivbrennweite sich ergibt. Bei dieser Bauweise muß die Objektivblende an irgendeiner anderen Stelle des Strahlenganges so eingebaut werden, daß durch sie der natürliche Feldlinienverlauf möglichst ungestört bleibt<sup>1</sup>. Diese Ausführungsform hat zwar den Nachteil, daß bei gleicher Minimalbrennweite die Feldstärke zwischen den Linsenelektroden etwa um 20% zunimmt. Jedoch wird dieser Mangel etwa aufgewogen durch die Tatsache, daß ein besonderer Spannungsteiler zum Abgriff der Mittelelektrodenspannung fortfällt. Da die Objektivbrennweite bei der zuletzt angedeuteten Konstruktion unabhängig von der angelegten Spannung, also unveränderlich ist, muß bei dieser die Scharfstellung durch mechanische Objektverschiebung vorgenommen werden. Bei der großen Tiefenschärfe bereitet eine solche mechanische Einstellung keine kritischen konstruktiven Schwierigkeiten. Als Nachteil dieser Ausführungsform ist das durch Unveränderlichkeit der Brennweiten gegebene Festliegen der Instrumentenvergrößerung zu erwähnen, das erst wieder durch Aus- und Einschleusen von Linsensystemen mit anderen Mittelelektrodenöffnungen vermieden werden kann. Für Instrumente, bei denen der Hauptwert auf einfachste Bedienung gelegt werden muß, dürfte die zuletzt besprochene Bauweise der Elektroden sich durchsetzen, während bei Instrumenten für höchstes Auflösungsvermögen die Ausführungsform nach Abb. 7 günstiger erscheint.

### III. Magnetische Sammellinsen.

Während die Wirkungsweise elektrostatischer Linsen aus dem elektronenoptischen Brechungsgesetz leicht verständlich ist, kann die Funktion magnetischer Linsen nicht unmittelbar aus optischen Analogien hergeleitet werden. Erst der Nachweis von Abbildungseigenschaften rotationssymmetrischer magnetischer Felder liefert hier den Anschluß an die optische Betrachtungsweise.

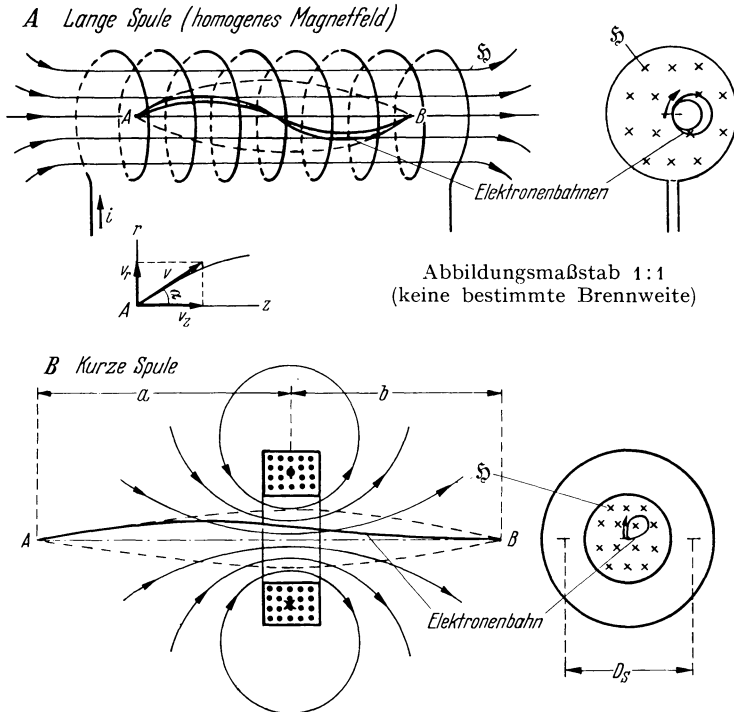
#### 1. Einfache Spulen.

Die Fokussierungswirkung eines *homogenen magnetischen Längsfeldes* auf Elektronenstrahlen läßt sich direkt aus dem magnetischen Ablenkgesetz einsehen. Die Herstellung des homogenen Magnetfeldes durch eine lange Spule und die entstehenden Elektronenbahnen zeigt schematisch Abb. 9 A. Vom Punkte *A* sollen Elektronen gleicher Geschwindigkeit unter kleinen Winkeln gegen die durch den Punkt *A* gehende Feldlinie ausgehen. Dann ist die Laufzeit aller dieser Elektronen für jede Ebene senkrecht zur Feldlinie, die sie erreichen, in erster Näherung gleich groß. Die ablenkende Kraft des Magnetfeldes wirkt nur auf die radialen Geschwindigkeitskomponenten  $v_r = v \cdot \sin \alpha$ , die je nach der Größe des Neigungswinkels  $\alpha$  verschieden groß sind. Unter dem Einfluß dieser Kraft durchlaufen alle Elektronen Zylinderbahnen, deren Projektionen Kreise sind, die sich in Abb. 9 A rechts für zwei Beispiele eingezeichnet finden. Der Kreisdurchmesser hängt vom Neigungswinkel am Bahnanfang ab. Durch eine einfache Rechnung läßt sich zeigen, daß die Projektionskreise trotz ihrer verschiedenen Radien  $R$  in gleicher Zeit durchlaufen werden. Die Umlaufzeit  $T$  besitzt die Größe:

$$T = \frac{2\pi R}{v_r} = \frac{2\pi}{v_r} \cdot \frac{m \cdot v_r}{e \cdot \mathfrak{H}} = \frac{2\pi m}{e \cdot \mathfrak{H}}.$$

<sup>1</sup> Über die Verwendung einer elektrischen Linse dieser Bauweise beim elektrostatischen Übermikroskop berichtet H. MAHL: Über das elektrostatische Elektronenmikroskop hoher Auflösung. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 11 S. 316. Hier ist die Aperturblende mit der zweiten Außenelektrode vereinigt worden.

Sie ist also unabhängig von der radialen Geschwindigkeitskomponente  $v_r$ . Daher müssen alle Elektronen, die zu gleicher Zeit von  $A$  ausgehen, sich zu gleicher Zeit in einem zweiten Punkte  $B$  auf der gleichen Feldlinie treffen. Also findet



Abbildungsmaßstab 1:1  
(keine bestimmte Brennweite)

Abbildungsgesetze:  $\frac{1}{a} + \frac{1}{b} = \frac{1}{f}$ ,  $V = \frac{b}{a}$ ,

$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8 m U} \int_{-\infty}^{\infty} \mathfrak{H}^2 dz,$$

$$f_{[\text{cm}]} \approx 50 \frac{U_{[\text{V}]} \cdot D_S[\text{cm}]}{i_{[\text{A}]}^2 \cdot w^2},$$

$$\psi = \sqrt{\frac{e}{8 m U}} \int_{-\infty}^{\infty} \mathfrak{H} dz,$$

$\psi$  = Bilddrehungswinkel,  
 $U$  = Beschleunigungsspannung,  
 $i \cdot w$  = Amperewindungszahl,  
 $D_S$  = mittlerer Spulendurchmesser,

kleinste Brennweite  $\approx D_S$ .

Abb. 9 A und B. Einfache magnetische Linsen.

eine Abbildung statt. Liegen mehrere Quellpunkte in der gleichen Ebene nebeneinander, so wird in einer zweiten, durch den Punkt  $B$  gehenden Ebene ein unvergrößertes und nicht umgekehrtes Elektronenbild der Quellebene erhalten. Da mit der langen Spule nach E. WIECHERT nur eine 1 : 1 Abbildung erreichbar ist, hat sie in der Elektronenmikroskopie keine Bedeutung. Sie ist hier nur besprochen, weil sie eine relativ leicht verständliche Vorstufe zu den magnetischen Linsen darstellt.

Die einfachste Form magnetischer Linsen wird durch eine in Richtung der Symmetrieachse nur wenig ausgedehnte Spule gebildet, die näherungsweise wie eine einzige stromdurchflossene Windung wirkt. Ein Beispiel für die praktische Ausführung einer solchen Spule nach R. J. RYAN zeigt Abb. 10. Das Magnetfeld der *kurzen Spule* ist schematisch in Abb. 9B dargestellt. Die einzelnen

die Windungen umschließenden Feldlinien bilden ein inhomogenes rotations-symmetrisches Feld, welches auf Elektronen, die sich nahe und in Richtung der Symmetrieachse fortbewegen, in analoger Weise fokussierend wirkt wie das homogene Längsfeld der langen Spule. Die Berechnung der von einem Punkte  $A$  der optischen und Symmetrieachse ausgehenden Elektronenbahnen erfolgt unter Berücksichtigung der axialen und radialen Feldstärkekomponenten und



Abb. 10. Ausführung einer einfachen Spulenlinse. (Kurze Spule.)

den entsprechenden beiden Geschwindigkeitskomponenten, zu denen als dritte die Komponente der Drehung um die optische Achse hinzukommt. Da bei der kurzen Spule Objekt- und Bildebene mehr oder weniger außerhalb des Spulenfeldes gelegt werden können, sind vergrößernde oder verkleinernde Abbildungen möglich. Die theoretische Behandlung der magnetischen Linse, die zuerst von H. BUSCH<sup>1</sup> durchgeführt wurde, zeigt, daß die optischen Abbildungsgesetze für die Beziehung zwischen Bild- und Gegenstandsweite und das Vergrößerungsverhältnis gelten. Neu und abweichend von den lichtoptischen Verhältnissen und von den Verhältnissen bei elektrischen Linsen und bei dem homogenen magnetischen Längsfeld ist jedoch die Tatsache, daß das Bild als Ganzes um einen bestimmten Winkel gedreht wird. Die Größe der sich ergebenden Brennweite  $f$  und der Bildfelddrehung  $\psi$  berechnet sich aus den in Abb. 9B angegebenen Integralausdrücken, zu deren Lösung der Feldstärkeverlauf auf der optischen Achse ( $z$ -Achse) bekannt sein muß. Die Integration liefert für die Brennweite folgende grundlegende Formel

$$f \approx 50 \cdot \frac{U \cdot D_s}{i^2 \cdot w^2}.$$

Hierin bedeutet  $D_s$  den mittleren Spulendurchmesser, der dem Durchmesser einer einzigen

Ersatzkreiswindung entspricht.  $U$  ist die Anodenspannung,  $i$  der Strom und  $w$  die Windungszahl der Spule. *Die kürzeste mit der einfachen Spulenlinse erreichbare Brennweite ist mit Rücksicht auf die Ausdehnung des Feldes etwa gleich dem mittleren Spulendurchmesser.*

## 2. Eisengekapselte und Polschuhlin sen kürzester Brennweite.

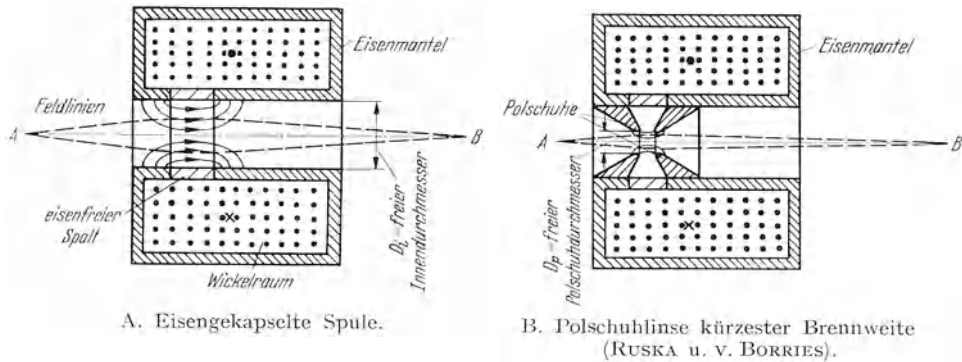
Ein Weg zur Verringerung des Volumens des fokussierenden Magnetfeldes und damit der Brennweite unter Beibehaltung des Wickelraumes wurde von E. RUSKA und M. KNOLL<sup>2</sup> durch die *eisengekapselte Spule*<sup>3</sup> beschr itten. Wie die in Abb. 11 A gebrachte schematische Zeichnung erkennen läßt, ist hier die ganze Wicklung mit Ausnahme einer kleinen zylindrischen Aussparung im Inneren

<sup>1</sup> BUSCH, H.: Über die Wirkungsweise der Konzentrationsspule bei der BRAUNschen Röhre. Arch. Elektrotechn. Bd. 18 (1927) S. 553. — Ann. Phys., Lpz. Bd. 81 (1926) S. 974.

<sup>2</sup> RUSKA, E. u. M. KNOLL: Nachtrag zur Mitteilung: Die magnetische Sammelspule für schnelle Elektronenstrahlen. Z. techn. Phys. Bd. 12 (1931) S. 448.

<sup>3</sup> Eine Vorstufe dieser Bauweise findet sich bei D. GÁBOR: Oszillographieren von Wanderwellen mit dem Kathodenszillographen. Forsch.-Hefte Studienges. Höchstspannungsanlagen Bd. 1 (1927) Heft 1 S. 7 (Abb. 9).

von einem Eisenmantel umgeben. Das ganze magnetische Kraftfeld konzentriert sich daher auf die unmittelbare Umgebung des eisenfreien Spaltes. In der



A. Eisengekapselte Spule.

B. Polschuhlinse kürzester Brennweite (RUSKA u. v. BORRIES).

$$f_{[cm]} \approx 48,4 \cdot \frac{U_{[V]} \cdot D_i [cm]}{i_{[A]}^2 \cdot w^2} \cdot k$$

$k$  = Spulenformfaktor (im allgemeinen  $k \approx 1,1$ ),

kleinste Brennweite  $\approx D_i$ .

$$f_{[cm]} \approx 48,4 \cdot \frac{U_{[V]} \cdot D_P [cm]}{i_{[A]}^2 \cdot w^2} \cdot k$$

$k \approx 1,1$ ,

kleinste Brennweite  $\approx D_P$ .

Abb. 11 A und B. Eisengekapselte und Polschuhlinse.

Brennweitenformel tritt dementsprechend an die Stelle des mittleren Spulendurchmessers der freie Durchmesser des Innenrohres. Weiterhin wird es notwendig, in der Brennweitenformel den Einfluß der magnetischen Nebenschlüsse im Wickelraum, der von der gewählten Spulenform abhängt, durch einen Spulenformfaktor zu berücksichtigen. Mit der gekapselten Spule lassen sich bei den Voltgeschwindigkeiten der Elektronenmikroskopie bereits Brennweiten der Größenordnung weniger Zentimeter erzielen. Die Ausführung einer magnetischen Linse mit innerem eisenfreiem Spalt zeigt Abb. 12.

Brennweiten von wenigen Millimetern, die erst den Bau von Elektronenmikroskopen hoher Auflösung ermöglichen, lassen sich bei magnetischen Linsen in einfacher Weise durch die in Abb. 11 B schematisch dargestellte *Polschuhlinse* nach E. RUSKA und B. v. BORRIES<sup>1</sup> erreichen. Die Schaffung dieses kurzbrennweitigen Objektivs ist von großer Bedeutung für das magnetische Elektronenmikroskop

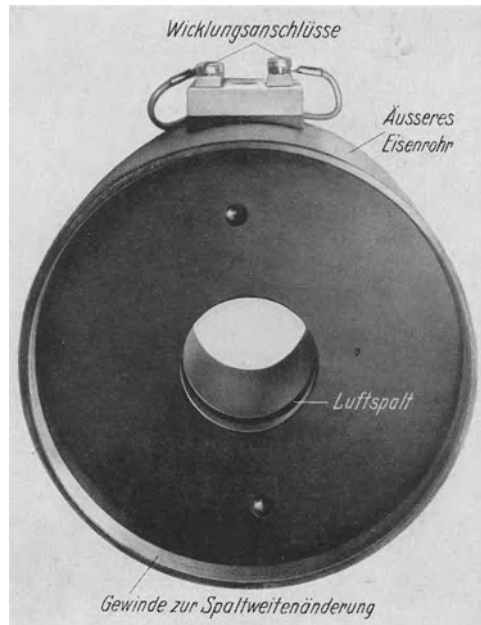


Abb. 12. Ansicht einer eisengekapselten Spule mit innerem Luftspalt.

<sup>1</sup> Vgl. Deutsche Patentanmeldung B. 154916 VIIIc 21 g vom 16. 3. 1932 und E. RUSKA: Über ein magnetisches Objektiv für das Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 89 (1934) Heft 1/2 S. 90.

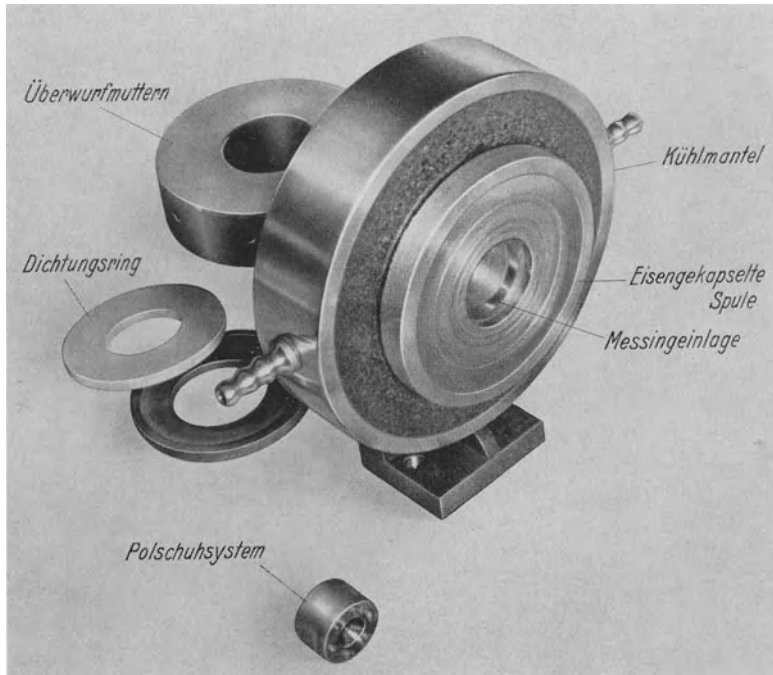
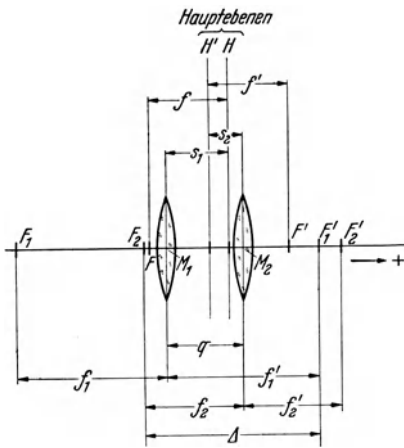


Abb. 13. Ansicht eines magnetischen Mikroskopobjektives älterer Bauart.



$$s_1 = M_1 H = -\frac{f_1 q}{\Delta}$$

$$s_2 = M_2 H' = \frac{f_2 q}{\Delta}$$

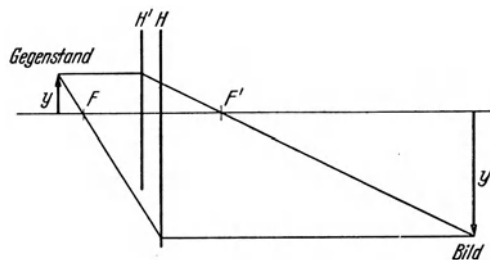
$$f = -f' = \frac{f_1 f_2'}{\Delta}$$

$\Delta = q - f_1' - f_2' < 0$  sammelndes System,  
 $> 0$  zerstreues System.

Angenommen:

$$f_1' = -f_1, \quad f_2' = -f_2,$$

dünne Einzellinsen.



$$\left. \begin{aligned} f &= HF \\ f_1 &= M_1 F_1 \\ f_2 &= M_2 F_2 \end{aligned} \right\} \begin{array}{l} \text{gegenstandseitige} \\ \text{Brennweiten} \end{array}$$

$$\left. \begin{aligned} f' &= H' F' \\ f_1' &= M_1 F_1' \\ f_2' &= M_2 F_2' \end{aligned} \right\} \begin{array}{l} \text{bildseitige} \\ \text{Brennweiten} \end{array}$$

Abb. 14. Bestimmungsgrößen der Abbildung bei einem aus zwei Einzellinsen zusammengesetzten System.

und auch allgemein für das Gebiet der Übermikroskopie gewesen. In der Brennweitenformel tritt an die Stelle des freien Innendurchmessers  $D_i$  der eisengekapselten Spule der freie Polschuhdurchmesser  $D_P$ . Die günstigste Linsenwirkung ergibt sich dann, wenn der Abstand der Polschuhspitzen etwa gleich dem inneren freien Polschuhdurchmesser gewählt wird. E. RUSKA bestimmt in der zuletzt zitierten Arbeit für eine spezielle Polschuhform das günstigste Verhältnis von Polschuhabstand zu freiem Polschuhdurchmesser zu  $3/4$ . Der proportionalen Verkleinerung der Polschuhabmessungen und der Brennweite stehen die Einflüsse *magnetischer Sättigung* an den Polschuhspitzen entgegen, die sowohl den wirksamen Polschuhdurchmesser als auch den wirksamen Polschuhabstand gegenüber den geometrischen Abständen vergrößern. Deshalb nimmt die Brennweite, sobald die besprochene Vergrößerung der wirksamen Abstände nicht mehr durch ein Ansteigen der Feldstärke kompensiert wird, bei weiterer Steigerung des Spulenstromes schließlich wieder zu. *Für ein gegebenes Polschuhsystem existiert daher stets eine Minimalbrennweite, die um so größer wird, je höher die Anodenspannung ist.* Für Anodenspannungen von 50 bis 70 kV beträgt diese Minimalbrennweite bei den besten bekannt gewordenen Polschuhsystemen etwa 1 bis 3 mm.

Die Ausführung einer magnetischen Polschuhlinse für elektronenmikroskopische Zwecke ist in Abb. 13 abgebildet. Das heraus-schraubbare Polschuhsystem ist in dieser Photographie unten sichtbar und besteht aus zwei konischen Weicheisenringen, die durch ein Messing-zwischenteil zusammengehalten werden. Ein die Spule umschließender Kühlmantel für Wasserkühlung sorgt für Ableitung der in der Wicklung verloren gehenden Wattleistung. Aus vakuumtechnischen Gründen ist der innere Spulenmantel als vakuumdichtes Rohr aus Weicheisen mit einem Zwischenstück aus unmagnetischem Material (Messing) ausgebildet und damit der Wickelraum vom Vakuumraum abgetrennt.

Sowohl bei den elektrostatischen als auch bei den magnetischen Linsen handelt es sich um eine Folge von Teillinsen, die zusammengenommen ein optisches System darstellen. Um die Abbildungsverhältnisse eines solchen Systemes übersehen zu können, muß man die beiden Hauptebenen und die zugehörigen Brennweiten kennen. Zur ersten Orientierung genügt es, die Elektronenobjektive als aus zwei Einzellinsen bestehend sich vorzustellen, wobei das elektrische Objektiv durch die Kombination einer schwachen Negativlinse mit einer starken Positivlinse und das magnetische Objektiv durch die Kombination zweier Sammellinsen angenähert wird. In Abb. 14 sind für ein System von zwei dünnen Einzellinsen die Gleichungen und Brennweiten angegeben. Bei der Auswertung ist besonders auf das Vorzeichen der einzelnen gerichtet aufzufassen den Strecken zu achten. Das Beispiel ist für den Fall zweier Sammellinsen

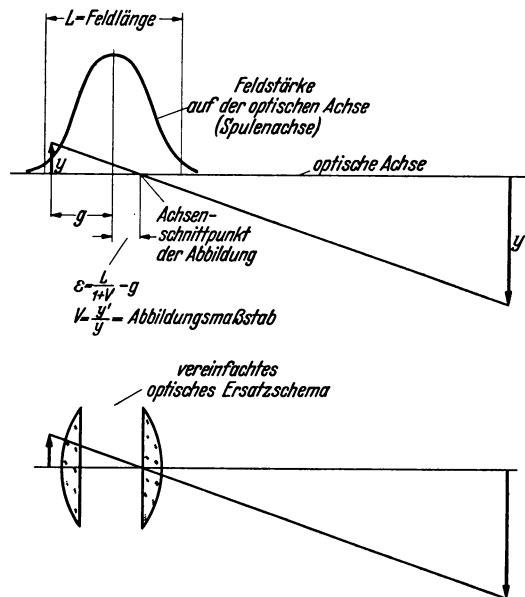


Abb. 15. Abbildungseigenschaften einer magnetischen Linse bei Anordnung des Objekts im anklingenden Linsenfeld.

gezeichnet und liefert Hauptebenen in vertauschter Lage. Diese Lage der Hauptebenen ist auch bei magnetischen Objektiven experimentell festgestellt worden<sup>1</sup>. Aus ihr folgt, daß sich bei Annäherung des Objektes an das optische System (das heißt den gegenstandsseitigen Brennpunkt  $F$ ) der *Achsenmittelpunkt der Abbildung* vom Objekt weg verschiebt. Dieser Fall gilt auch für Teillinsen gleicher Brechkraft. Wenn diese Verhältnisse unberücksichtigt bleiben und der optische Schwerpunkt in der Linsenmitte angenommen wird, so erhält man falsche, zu kurze Brennweiten. Ein Beispiel, das die ungefähre Objektlage und Feldverteilung bei magnetischen Objektiven wiedergibt, vermittelt Abb. 15. Soll die richtige Brennweite experimentell festgestellt werden, so empfiehlt es sich, sie aus dem beobachteten Abbildungsmaßstab und der größeren, hinreichend genau bekannten Schnittweite zu berechnen.

## IV. Die Elektronenquelle.

In den vorausgegangenen Abschnitten war stets angenommen worden, daß eine Strahlung von Elektronen gleicher und bestimmter Geschwindigkeit im Vakuumraum zur Verfügung stand. Weiterhin war, insbesondere zur Ableitung der Linsengesetze, vorausgesetzt worden, daß diese Strahlung von einem bestimmten Punkte ausgeht, wobei es dahingestellt blieb, ob die Strahlen ursprünglich in diesem Quellpunkt entstehen oder ob sie nur durch diesen Punkt hindurchgehen. Die Herstellung gleichmäßig beschleunigter und zu einem gerichteten Bündel zusammengefaßter Elektronenstrahlen erfolgt durch die *Elektronenquelle*. Die letztere setzt sich zusammen aus der *Kathode* und den übrigen Elektroden des *Strahlerzeugungssystems*.

### 1. Kathode.

Die Kathode ist dasjenige Bauelement der Elektronenröhrentechnik, das dazu dient, Elektronen (aus Metallen) in den Vakuumraum eintreten zu lassen. Die wirksamsten Mittel zur Elektronenablösung sind Ionenbombardement der Kathodenoberfläche oder Erhitzung des Kathodenmetalles auf hohe Temperaturen. Bei den Elektronenmikroskopen haben praktisch nur diese Mittel Bedeutung erlangt. Daneben bestehen noch andere Wege der Elektronenablösung, wie beispielsweise die Ablösung durch Lichteinfall (Photoemission) und die Ablösung durch Einwirkung höchster elektrischer Feldstärken (Feldemission).

Aus einer sog. *kalten Kathode* lassen sich durch Ionenbombardement Elektronen befreien. Die Kathode befindet sich hierbei in einem Raum von niedrigem Gasdruck (Größenordnung  $10^{-2}$  mm Hg) auf negativem Potential gegenüber einer Gegenelektrode. Die Anordnung der Elektroden ist schematisch in Abb. 16 gezeichnet. Durch das elektrische Feld werden in dem Gasentladungsraum entstehende positive Ionen mit hoher Geschwindigkeit auf die Kathode gelenkt und lösen bei ihrem Aufprall teilweise direkt und teilweise durch die entstehende Erhitzung der Kathode Elektronen aus dem Kathodenmetall ab. Da die Gegenelektrode bei den üblichen Konstruktionen<sup>2</sup> zugleich als Anode dient, werden die emittierten Elektronen durch das angelegte Feld zugleich beschleunigt. Durch die gezeichneten Formen der Elektroden wird sowohl der aufrallende Ionenstrom als auch der entstehende Elektronenstrom als scharf gerichtete Bündel ausgebildet. Die Größe des Elektronenstromes hängt von der Größe des Entladungsraumes, insbesondere seiner Länge und von der Höhe des Gasdruckes

<sup>1</sup> RUSKA, E.: Über ein magnetisches Objektiv für das Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 89 (1934) Heft 1/2 S. 90.

<sup>2</sup> Vgl. z. B. E. ALBERTI: BRAUNSCHE Kathodenstrahlröhren und ihre Anwendung, S. 60. Berlin: Julius Springer 1932.

ab. Der Gasdruck wird zweckmäßig nach dem Vorgehen von GÁBOR<sup>1</sup> durch Abtrennung des über eine Lufteinlaßdüse mit dem Außenraum in Verbindung stehenden Gasentladungsrohres von dem durch eine Pumpe hochevakuierten Raum der übrigen Apparatur eingeregelt. Die, wie auch Abb. 16 zeigt, beide Räume trennende Anodenelektrode bildet dabei mit ihrer Durchtrittsbohrung den zwischen beiden Räumen erforderlichen Strömungswiderstand. Die kalte Kathode hat den Vorteil, daß sie bis zu Spannungen von 80 kV in konstruktiv einfachen Systemen betriebsicher bleibt und daß sie kräftige und scharf gerichtete Elektronenstrahlen liefert. Sie ermöglicht jedoch infolge der starken Abhängigkeit von Strom und Spannung (Vorwiderstand) bei unvermeidlichen Gasdruckschwankungen keinen konstanten Betrieb über längere Zeiten. Sie hat weiterhin gegenüber der in den folgenden Abschnitten besprochenen Glühkathode den Nachteil, daß die Streuung der Anfangsgeschwindigkeiten der Elektronen (etwa 10 V) mehr als eine Größenordnung höher liegt.

Aus einer *glühenden Kathode* treten Elektronen, die in jedem Metall in großer Zahl vorhanden sind, mit einer gewissen Geschwindigkeit (Voltgeschwindigkeit etwa 1 V) aus. Den Vorgang der Elektronenemission kann man sich wie das Heraussprudeln von Teilchen aus der Oberfläche einer siedenden Flüssigkeit vorstellen. Ähnlich wie bei dem Verdampfen der Flüssigkeit wird sich auch hier eine Wolke von Elektronen bilden, die den glühenden Faden umgibt.

In metallischen Leitern bewegt sich unter dem Einfluß der Wärmebewegung eine große Menge von Elektronen mit verschiedenen Geschwindigkeiten zwischen den Metallmolekülen hin und her, wobei sich diese Geschwindigkeiten um eine mittlere, mit steigender Temperatur zunehmende Geschwindigkeit gruppieren. An der Metalloberfläche werden die Elektronen durch eine starke molekulare Anziehungskraft zurückgehalten. Sie können nur dann aus der Kathode austreten, wenn ihre kinetische Energie größer als die Austrittsarbeit ist. Es sind dies analoge Vorgänge, wie sie bei der Verdampfung von Flüssigkeiten zum Entstehen von Gasmolekülen führen. Die sich vor der Kathodenoberfläche ausbildende Elektronenwolke bewirkt eine *Raumladung*, die den Elektronenaustritt durch rückstoßende Kräfte begrenzt. Erst durch Einwirkung von Beschleunigungsfeldern auf den Raum vor der Kathode werden die ausgetretenen Elektronen abgesaugt und damit die Voraussetzung für eine dauernde Elektronenemission durch Elektronennachlieferung aus der Kathode geschaffen.

Die Größe des *Sättigungsstromes*, das heißt desjenigen Stromes, bei welchem alle erzeugten Elektronen durch das Beschleunigungsfeld fortgeführt werden, erhält man in Abhängigkeit von der absoluten Temperatur und der Materialkonstanten der Kathode nach folgendem, zuerst von RICHARDSON angegebenen Gesetz:

$$J_s = F \cdot A \cdot T^2 \cdot e^{-\frac{B}{T}}$$

<sup>1</sup> GÁBOR, D.: Sonderheft Kathodenoszillograph. Forsch.-Hefte Studienges. Höchstspannungsanlagen 1927, Heft 1 S. 12. [Vgl. auch W. WIEN: Ann. Phys., Lpz. IV Bd. 30 (1909) S. 349.]

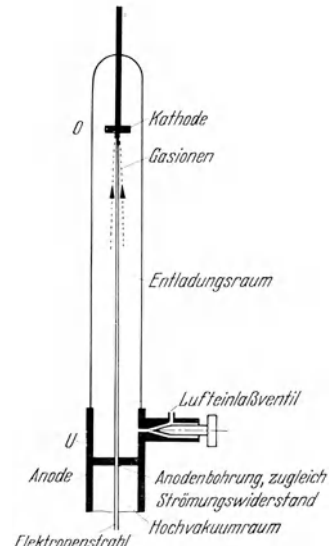


Abb. 16. Entladungsröhre mit kalter Kathode (schematisch).



Der Sättigungsstrom wird in Ampere erhalten, wenn die emittierende, dem Beschleunigungsfeld ausgesetzte Fläche in  $\text{cm}^2$  und die Temperatur in Absolutgraden gemessen wird. Die Materialkonstante  $A$  und der Exponentialfaktor  $B$  haben für verschiedene Metalle stark abweichende Werte. Für Wolframkathoden besitzt beispielsweise  $A$  den Wert  $2,4 \cdot 10^7 \text{ A/cm}^2$  und  $B$  den Wert  $5,25 \cdot 10^4 \frac{1}{\text{Grad}}$ .

Ist der Angriff des Beschleunigungsfeldes auf der Kathodenoberfläche nicht so kräftig, daß alle von der Kathode gelieferten Elektronen abgesaugt werden, so fließt ein Strahlstrom, der kleiner als  $J_s$  ist und dessen Wert in den Anfangsbereichen durch das LANGMUIRSche Raumladungsgesetz bestimmt wird:

$$J = K \cdot U_{st}^{3/2}.$$

Hierin ist  $K$  eine Funktion der Elektrodenabmessungen, insbesondere der erfaßten Kathodenoberfläche und  $U_{st}$  die steuernde Beschleunigungsspannung. Die Ergiebigkeit der Elektronenquelle regelt sich nach den vorstehenden beiden Emissionsgesetzen. Ihre Anpassung an das jeweils vorgesehene elektronenoptische System, das heißt die Herstellung gewünschter Elektronenbündel, erfolgt im *Strahlerzeugungssystem* durch geeignete *Bemessung der Kathode* und durch *Ausblendung eines schwach divergierenden Strahlenkegels*. Die Ausblendung kann dabei entweder durch metallische Blenden oder durch den Potentialverlauf des Feldes (Potentialblenden) bewirkt werden.

## 2. Das Strahlerzeugungssystem.

Bei den sehr kleinen Aperturwerten der Objektive des Elektronenmikroskopes ( $10^{-2}$  bis  $10^{-3}$ ) sind Elektronenquellen erwünscht, die die ganze Emission in noch

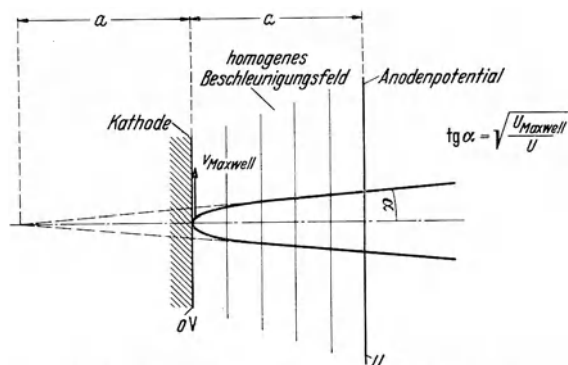


Abb. 17. Räumlicher Divergenzwinkel einer idealisierten Elektronenquelle.

kleinere Raumwinkel strahlen. Eine untere Grenze für den Divergenzwinkel der Emission einer Kathode ist durch die regellose Winkelverteilung und die mittlere Größe der Anfangsgeschwindigkeiten der Elektronen beim Austritt gegeben<sup>1</sup>. Die Berechnung dieses Grenzwinkels erfolgt für ein idealisiertes Feld<sup>2</sup> nach Abb. 17 gemäß der Beziehung

$$\text{tg } \alpha = \sqrt{\frac{U_{\text{Maxw}}}{U}}.$$

Hierin bedeutet  $U_{\text{Maxw}}$  die mittlere Austrittsgeschwindigkeit in Volt, die für Wolfram etwa den Wert 1 V besitzt. Die Größe des Divergenzwinkels  $\alpha$  ist aus der parabolischen Bahn eines in Richtung der Kathodenoberfläche austretenden Elektrons hergeleitet. Man erkennt die auch für kompliziertere Strahlerzeugungssysteme gültige Regel, daß der *Divergenzwinkel der Strahlung einer Elektronen-*

<sup>1</sup> RUSKA, E.: Zur Fokussierbarkeit von Kathodenstrahlbündeln großer Ausgangsquerschnitte. Z. Phys. Bd. 83 (1933) Heft 9/10 S. 684. — ARDENNE, M. v.: Beitrag zur Konstruktion von BRAUNschen Röhren mit Hochvakuum für Fernseh- und Meßzwecke. Z. Hochfrequenztechn. Bd. 44 (1934) S. 166.

<sup>2</sup> Keine Wehnelt-Elektrode, keine Linsenwirkung in der Umgebung von Kathode und Anode!

quelle mit der Wurzel aus der Beschleunigungsspannung absinkt. Für hochgeheizte Wolframkathoden und 70 kV-Elektronen hat dieser Grenzwinkel die Größenordnung  $5 \cdot 10^{-3}$ . Tatsächlich muß bei dieser Anodenspannung mit einem Aperturwert der Elektronenquelle von etwa 1 bis  $2 \cdot 10^{-2}$  gerechnet werden, weil optische Fehler im Strahlerzeugungssystem eine kleine Winkelzunahme bewirken.

Ähnliche Grenz betrachtungen sind für Strahlerzeugungssysteme mit kalten Kathoden nicht ohne weiteres möglich, da die starken konzentrierend wirkenden Raumladungseinflüsse der Rechnung schwer zugänglich sind.

Die Kombination einer fast punktförmig emittierenden Glühkathode mit einer negativ vorgespannten, die Emissionsstelle rotationssymmetrisch umgebenden

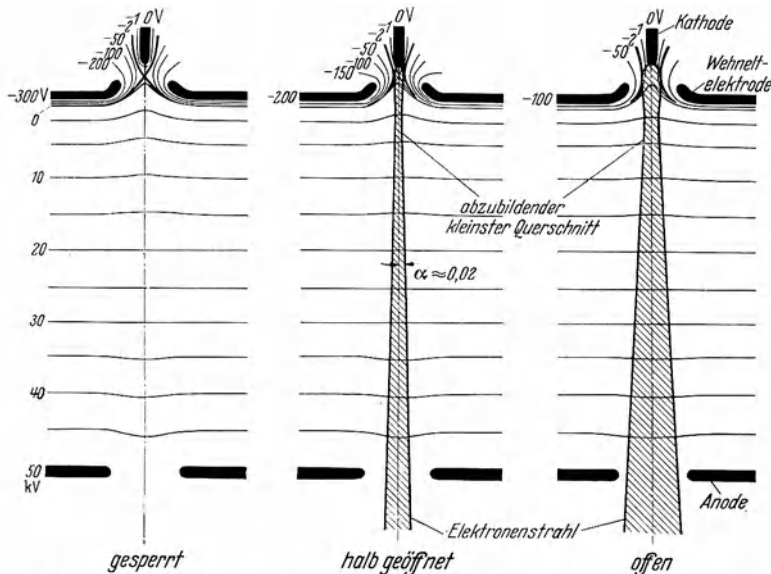


Abb. 18. Potentialfelder einer Elektronenquelle mit Spitzkathode bei verschiedenen Vorspannungen der Wehnelt-Elektrode.

Elektrode (Wehnelt-Elektrode) im Beschleunigungsfelde, die vom Verfasser in die Technik BRAUNSCHE Röhren eingeführt wurde, hat als Elektronenquelle auch in der Elektronenmikroskopie Eingang gefunden. Diese Anordnung und die ihr für verschiedene negative Vorspannungen der Steuerelektrode zugeordneten Potentialfelder sind in Abb. 18 schematisch dargestellt. Elektrodenformen, Abstandsverhältnisse und Potentiale sind hier etwa so gewählt, wie sie in der Praxis für die Elektronenquellen der Übermikroskopie üblich sind. Eine Strahlsperrung tritt ein, wenn die negative Vorspannung der Wehnelt-Elektrode so groß bemessen ist, daß auf der Achse bei den gegebenen Durchgriffsverhältnissen ein Minimumpotential entsteht, das negativer als die Anlaufvoltgeschwindigkeit der Elektronen, das heißt negativer als  $-1$  bis  $-2$  V ist. Bei geringerer Vorspannung der Lichtsteuerelektrode wirken die Potentialfelder in der Öffnungszone ähnlich wie eine Blende, weil nur in unmittelbarer Umgebung der Achse die Elektronen das Gegenpotential überwinden können. Man spricht daher mit Recht in diesem Fall von einer *Potentialblende*. Das durch die Lichtsteuerelektrode hervorgerufene Feld wirkt wie eine kurzbrennweitige Sammellinse, die in einer Ebene hinter der Lichtsteuerelektrode eine Einschnürung der Elektronenströmung zur Folge hat. Diese Einschnürung stellt den *kleinsten, abzubildenden Querschnitt* der Elektronenquelle dar, von dem aus die Elektronen-

strömung mit ihrem Aperturwinkel divergiert. Bei weiterer Vorspannungsverkleinerung nimmt die emittierende Fläche der Kathode und damit Aperturwinkel und Strahlstrom weiter zu, bis schließlich die Anodenelektrode unmittelbar getroffen wird und unwirtschaftlich hohe Strahlströme fließen. Unter Berücksichtigung der Abbildungsverhältnisse bei den Elektronenmikroskopen (Objektivapertur  $<$  Apertur der Elektronenquelle) verdient diejenige Betriebsweise den Vorzug, wo das Verhältnis der Stromdichte der emittierenden Kathodenfläche (bzw. des kleinsten Querschnittes) zum Quadrat des Aperturwinkels ein Maximum wird. Hierauf wird in einem späteren Abschnitt bei der Betrachtung der Intensitätsfragen noch näher eingegangen. Praktisch ist diese günstige Betriebsweise etwa dann gegeben, wenn die Vorspannung der Wehnelt-Elektrode  $\frac{2}{3}$  bis  $\frac{3}{4}$  der Sperrspannung beträgt.

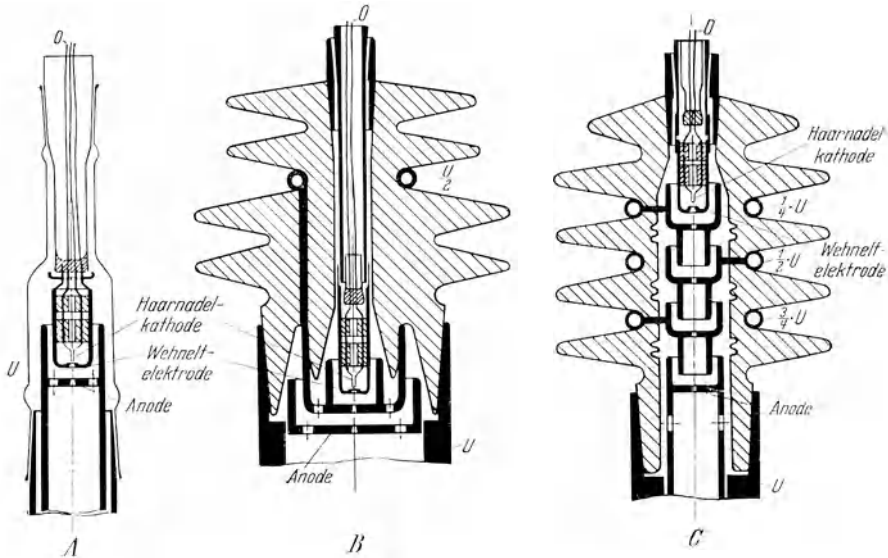


Abb. 19 A, B und C. Strahlerzeugungssysteme ohne (A), mit einfacher (B) und mehrfacher (C) Aufteilung der Beschleunigungsspannung.

Bei der konstruktiven Ausführung des Strahlerzeugungssystems sind alle Erfahrungen der Hochspannungs- und Hochvakuumtechnik heranzuziehen, um eine hohe Durchschlagsfestigkeit des Systems herbeizuführen. So empfiehlt es sich beispielsweise die einander gegenüberstehenden Flächen der Elektroden zu verchromen und auf Hochglanz zu polieren. Wie bei der elektrischen Einzellinse kurzer Brennweite sind die eine Ionisierung fördernden schädlichen Räume möglichst klein zu halten und gegebenenfalls zu unterteilen. Die Anordnung von Elektroden und Isolatoren bei einem einfachen System mit Glühkathode zeigt schematisch Abb. 19A. Mit der einfachen Ausführung ist selbst bei Anwendung sehr kräftiger Diffusionspumpen und großer Pumpleitungsquerschnitte kaum ein betriebssicheres Arbeiten bei Spannungen über 60 bis höchstens 80 kV möglich. Deshalb haben die in Abb. 19B und C angegebenen Strahlerzeugungssysteme mit Aufteilung der Beschleunigungsspannung erhebliche Bedeutung für die vom Verfasser durchgeführte *Weiterentwicklung des Elektronenmikroskopes in Richtung höherer Arbeitsspannungen*. Mit Rücksicht auf die sehr kleine erforderliche Apertur der Elektronenquelle können die auf der Systemachse liegenden Bohrungen relativ klein gewählt werden, so daß eine nahezu ideale Raumunterteilung möglich ist.

## V. Elektronenindikatoren.

Um die an den Vakuumraum gebundene Elektronenstrahlung und insbesondere ihre Verteilung in einer Bildebene dem menschlichen Auge sichtbar zu machen, ist ein Elektronenindikator notwendig, der die kinetische Energie der Elektronen

$$\frac{1}{2} m v^2 = eU$$

mit möglichst großem Wirkungsgrad umwandelt in Helligkeits-, Schwärzungs- oder sonstige Meßwerte. Größere Bedeutung haben in der Elektronen-Übermikroskopie bisher nur diejenigen Elektronenindikatoren erlangt, die die *Verteilung der Stromdichte* in der Elektronenbildebene unmittelbar *als Bild* wiedergeben. Die beiden Hauptvertreter für die zuletzt erwähnte Indikatorengruppe sind der Leuchtschirm und die photographische Schicht. Während bei dem ersteren die Nutzenergie in Form von Licht sofort wieder ausgestrahlt wird, tritt bei dem zweitgenannten Indikator die bekannte Akkumulierung des photographischen Prozesses über die Dauer der Belichtungszeit ein. Neben diesen beiden Indikatorarten sind auch noch andere speichernde oder nichtspeichernde Umformer für bildmäßige Wiedergabe bekanntgeworden, zum Beispiel Bildwandleranordnungen mit Sekundäremissionsverstärkung und Kristall-Lichtrelaisschirme mit Ladungsspeicherung. Elektronenindikatoren ohne bildmäßige Wiedergabe der Elektronenverteilung, die also zur Untersuchung von Strukturen nur in Verbindung mit Abtastmethoden angewendet werden können, stehen in großer Zahl zur Verfügung. Beispielsweise bilden Fangelektroden in Verbindung mit Röhrenverstärkern oder Sekundäremissionsverstärkern, Zählrohre nach GEIGER und speichernde Einrichtungen mit Fangelektroden und Elektrometern typische Vertreter dieser Gruppe. Im Rahmen dieses Kapitels soll ausschließlich auf die beiden wichtigsten Indikatorarten der Elektronenmikroskopie, den Leuchtschirm und die photographische Schicht, näher eingegangen werden.

### 1. Der Leuchtschirm.

Die Wirkung des Leuchtschirmes beruht darauf, daß die Elektronenstrahlung eine Fluoreszenzstrahlung des Bereiches sichtbarer Wellenlängen erregt. *Leuchtstoffe*, die diese Umformung mit hohem Wirkungsgrad vornehmen, stellt die Technik der Elektronenstrahlröhren für Meß- und Fernsehzwecke zur Verfügung. Im allgemeinen werden die Leuchtstoffe in Form von mikroskopisch kleinen Kriställchen mit oder ohne Anwendung eines Bindemittels (z. B. verdünntes Kaliwasserglas) auf Glas- oder Metallunterlagen aufgestäubt, aufgeschwemmt oder aufgesintert<sup>1</sup>. Die verschiedenen *Aufbringungsmethoden* besitzen das gemeinsame Merkmal, daß die Kriställchen in Richtung der einfallenden Elektronenstrahlung offen liegen, so daß keine Wirkungsgradminderungen durch Absorptionsverluste in einer Einbettungssubstanz entstehen. Mit den verschiedenen Aufbringungsverfahren lassen sich gleichmäßige Leuchtstoffschichten gewünschter Dicke herstellen. Die Gleichmäßigkeit wird schließlich nur durch die mittlere Größe der Kriställchen begrenzt. Die *günstigste Dicke* der Schicht hängt zunächst grundsätzlich davon ab, ob der Schirm in Durchsicht oder in Aufsicht betrachtet werden soll. Für den Fall der Durchsichtbetrachtung liegt das Optimum infolge der Lichtabsorptionseinflüsse in der Leuchtstoffschicht bei dünneren Schichtdicken als bei Aufsichtbetrachtung. Der *Aufsichtschirm*, der in der Übermikro-

<sup>1</sup> Vgl. beispielsweise den Abschnitt „Der Fluoreszenzschirm“. ARDENNE, M. v.: Die Kathodenstrahlröhre und ihre Anwendung in der Schwachstromtechnik. Berlin: Julius Springer 1933.

skopie mit Rücksicht auf seinen sehr viel höheren Wirkungsgrad in erster Linie angewendet wird, sollte so bemessen werden, daß seine Dicke etwa gleich der *Eindringtiefe der Elektronen* wird. Diese Eindringtiefe hängt, wie die Ausrechnung Abb. 20 nach Formeln von H. BETHE erkennen läßt<sup>1</sup>, weitgehend von der Größe der Beschleunigungsspannung ab. Für die normalen Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskopie ergeben sich Eindringtiefen von der Größenordnung 0,1 mm. Erst Gesichtspunkte, die sich aus den in einem späteren Abschnitt behandelten Fragen des Auflösungsvermögens von Leuchtschirmen ergeben, können dazu führen, daß es vorteilhafter erscheint, die Dicke der Leuchtstoff-

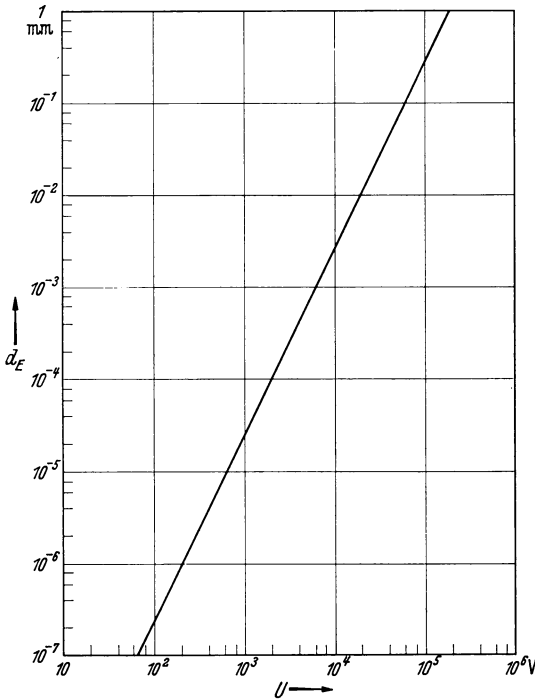


Abb. 20. Ungefähre Eindringtiefe  $d_E$  von Elektronen als Funktion ihrer Voltgeschwindigkeit.

schichten in besonders gelagerten Fällen kleiner als die Eindringtiefe zu wählen.

Durch den Leuchtschirm wird die in Elektronenmikroskopen stets scharf gerichtete Strahlung der Elektronenenergie in nicht oder nur wenig gerichtete Lichtstrahlung umgewandelt. Die Pupille des menschlichen Auges erfaßt aus dem vom Leuchtschirm abgehenden Lichtstrom nur einen außerordentlich kleinen Anteil. Wenn trotzdem der

$$d_E = \frac{3,9 \cdot 10^{13} \cdot U^2}{N \cdot k} \text{ mm}$$

$$N = \text{Zahl Atome/cm}^3 = 6,06 \cdot 10^{23} \cdot \frac{\rho}{A},$$

$k$  = Zerstreuungsfaktor des Mediums

(Al:  $k \sim 20$ )

Ag  $\sim 38$

Au  $\sim 48$

ZnS-Fluoreszenzmaterial  $\sim 27$ ,

$U$  = Beschleunigungsspannung in Volt.

Leuchtschirm als Umformer in der Elektronenröhrentechnik eine große Bedeutung erlangen konnte, so liegt dies in erster Linie an der außerordentlichen Quantenempfindlichkeit des menschlichen Auges (für Licht der Wellenlänge maximaler Augenempfindlichkeit hat die Grenzemfindlichkeit des menschlichen Auges die Größe<sup>2</sup>  $1,5 \cdot 10^{-9}$  erg/s<sup>3</sup>) und in zweiter Linie an dem überraschend guten lichttechnischen Wirkungsgrad (20 bis 50%) moderner Elektronenphosphore.

Die *Flächenhelle* (Ersatzbeleuchtungsstärke) eines Leuchtschirmbildes beträgt<sup>4</sup>:

$$E = \frac{j \cdot U \cdot \eta \cdot 10^4 \cdot \pi}{0,8} \text{ Lux.}$$

<sup>1</sup> LEVERENZ, H. W.: Problems concerning the production of cathode ray tube screens. J. opt. Soc. Amer. Bd. 27 (1937) Heft 1 S. 25.

<sup>2</sup> KÖNIG, A.: Physiologische Optik, S. 60. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft 1929.

<sup>3</sup> Die diesem Wert entsprechende Quantenzahl ist gerade so groß, daß die natürliche Schwankung des Photonenstromes noch nicht in die Erscheinung tritt.

<sup>4</sup> Vgl. F. SCHRÖTER: Handbuch der Bildtelegraphie und des Fernsehens, S. 473. Berlin: Julius Springer 1932.

Hierin bedeutet  $j$  die Stromdichte der Schirmebene in  $\text{A}/\text{cm}^2$  und  $\eta$  den *lichttechnischen Wirkungsgrad* in Hefner-Kerzen pro Watt. Der letztere ist als Folge von Aufladungserscheinungen insbesondere am Schirmträger, als Folge der unterschiedlichen Durchdringungsfähigkeit der Elektronen und als Folge unterschiedlicher Wirkung der entstehenden Röntgenstrahlung auf das Fluoreszenzmaterial ebenfalls eine Funktion der Anodenspannung. Seine Abhängigkeit von der Stromdichte kann bei den sehr geringen Stromdichten der Elektronenmikroskopie unberücksichtigt bleiben, da die letzteren viele Größenordnungen unterhalb derjenigen Stromdichte ( $10^{-6} \text{ A}/\text{cm}^2$ ) liegen, wo Sättigungserscheinungen im Leuchtphosphor eine Rolle zu spielen beginnen. Der Anstieg des lichttechnischen Wirkungsgrades in Richtung der kleinen Stromdichten der Übermikroskopie, sowie die Abhängigkeit der Lichtausbeute von Zinksulfidschirmen auf Glas- und Metallunterlagen ist aus der Darstellung Abb. 21 zu erkennen, die sich auf Messungen von SCHERER und RÜBSAAT<sup>1</sup> gründet. Durch den Fortfall der Aufladung am Schirmträger, die eine kräftige Abbremsung der Elektronenstrahlen unmittelbar vor dem Leuchtschirm zur Folge hat, und zu einem gewissen Grade auch durch die Lichtreflexion an der möglichst spiegelnd auszuführenden metallischen Unterlage, besitzt der *Metallfluoreszenzschirm* einen besonders hohen lichttechnischen Wirkungsgrad, der für 80 kV-Elektronen die Größenordnung 10 HK/W hat. Den vergrößerten Ausschnitt eines Zinksulfidschirmes auf Metallunterlage vermittelt die Photographie Abb. 22. Deutlich ist hier die Körnigkeit des aus vielen Einzelkristallen zusammengesetzten Schirmes zu erkennen.

Bei den geringen Stromdichten des Elektronenmikroskopes ist die Flächenhelle der Leuchtschirmbilder fest stets so klein, daß auf kein Mittel verzichtet werden kann, das geeignet ist, den Helligkeitseindruck im menschlichen Auge zu steigern. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, die Kurve der *spektralen Intensitätsverteilung* bei Leuchtschirmen für Elektronenmikroskope nicht wie bei Fernsehröhren dem weißen Licht anzunähern, sondern eine Intensitätsverteilung anzuwenden, deren Maximum mit der Wellenlänge größter Augenempfindlichkeit zusammenfällt. Diese Wellenlängen sind in der Darstellung Abb. 23 über die Intensitätsverteilungskurve von silberaktivierten Zinkkadmiumsulfidphosphoren mit eingezeichnet. Diese Abbildung zeigt, daß bei diesen modernen Elektronenphosphoren durch Vergrößerung des Kadmiumsulfidgehaltes das Intensitätsmaximum stetig von blau nach rot verschoben werden kann. Etwa bei 30% Kadmiumsulfidgehalt fällt das Maximum mit dem Bereich größter Augenempfindlichkeit zusammen, und etwa bei dieser Zusammensetzung werden

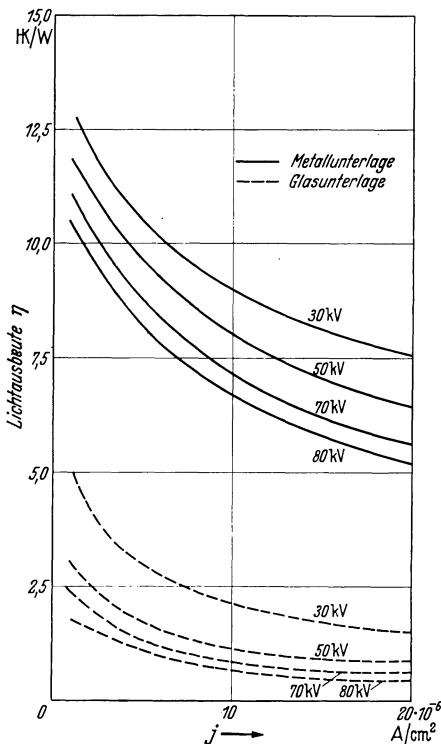


Abb. 21. Lichtausbeute von Zinksulfidschirmen auf Metall- und Glasunterlage als Funktion der Stromdichte  $j$  für verschiedene Beschleunigungsspannungen. (Nach Messungen von SCHERER und RÜBSAAT.)

<sup>1</sup> SCHERER, K. u. R. RÜBSAAT: Helligkeitsmessungen an Zinksulfidschirmen bei Anregung durch Kathodenstrahlen. Arch. Elektrotechn. Bd. 31 (1937) Heft 12 S. 821.

Wirkungsgrade von 10 HK/W erreicht. Ein Leuchtstoff, der dieser Zusammensetzung entspricht, ist beispielsweise die Flu-Farbe 30/050 von RIEDEL-DE HAËN.



Abb. 22. Teilansicht eines Zinksulfidschirmes auf Metallunterlage.

Leuchtschirme werden in den Elektronenmikroskopen nicht nur in der Endbildebene, sondern auch in anderen Ebenen des Strahlenganges zur Kontrolle und Justierung angewendet. Sie befinden sich teils, wie in dem Beispiel Abb. 24,

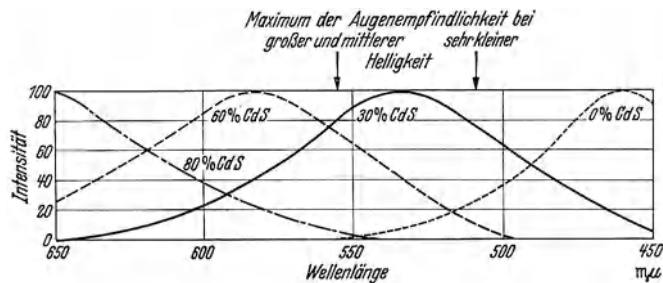


Abb. 23. Spektrale Intensitätsverteilung bei ZnCdSAg-Phosphoren mit verschiedenem CdS-Gehalt. (Nach Messungen von v. ARDENNE.)

permanent im Strahlengang (mit einem Leuchtstoffring belegte Blende), teils werden sie vor Beobachtungsfenstern, -lupen oder -mikroskopen zeitweilig in den Strahlengang eingeschoben oder eingeklappt.

Der Leuchtschirm ist als Hilfsmittel für die Schärfeneinstellung und Einstellung des Objektausschnittes unentbehrlich in der Übermikroskopie. Dagegen spielt die durch ihn ermöglichte visuelle Betrachtung der Mikroskopbilder gegenüber der im folgenden Abschnitt behandelten photographischen Methode bei

weitem nicht die Rolle wie in der Lichtmikroskopie, weil die Deutlichkeit der Leuchtschirmbilder infolge ihrer geringen Flächenhelle sehr zu wünschen übrig läßt und der Umweg über die photographische Registrierung im Hinblick auf den Gesamtaufwand der Elektronenmikroskopie nicht so sehr ins Gewicht fällt.

## 2. Die photographische Schicht.

Die Aufzeichnung des Elektronenbildes auf einer photographischen Schicht kommt dadurch zustande, daß durch die ankommenden und in die Schicht eintretenden Elektronen lokal direkt oder indirekt photochemische Reaktionen ausgelöst werden, deren örtliche Verteilung, ebenso wie bei der Photographie mit Lichtstrahlen, von der gesamten aufgefallenen Strahlungsintensität abhängt. Wird die photographische Schicht durch eine Bromsilberemulsion gebildet, so bewirkt die Absorption der Strahlungsenergie in der Schicht eine Aufspaltung des Bromsilbers, die zunächst in Form des latenten Bildes bestehen bleibt und die dann später durch den bekannten Entwicklungs- und Fixierprozeß das Bildnegativ hervorbringt. Die Halogensilberzerersetzung erfolgt dabei entweder durch die Elektronen selbst oder durch die von den Elektronen in der Auftreffzone ausgelösten Röntgen- und Fluoreszenzstrahlungen.

Für den Energieumsatz der Einzelprozesse ist die Quantenbeziehung

$$eU = h\nu$$

maßgebend. Experimentell wurde bei Röntgenstrahlen (0,45 AE) ermittelt, daß pro Quant etwa 1000 Bromsilbermoleküle gespalten werden, ein Ergebnis, das auf die beträchtliche Ausnutzung der durch ein Elementarquantum zur Verfügung gestellten Energie hinweist (Größenordnung 10%). Ähnliche Verhältnisse dürften wegen der ungefähr übereinstimmenden Quantengröße für Elektronen der Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskopie bestehen.

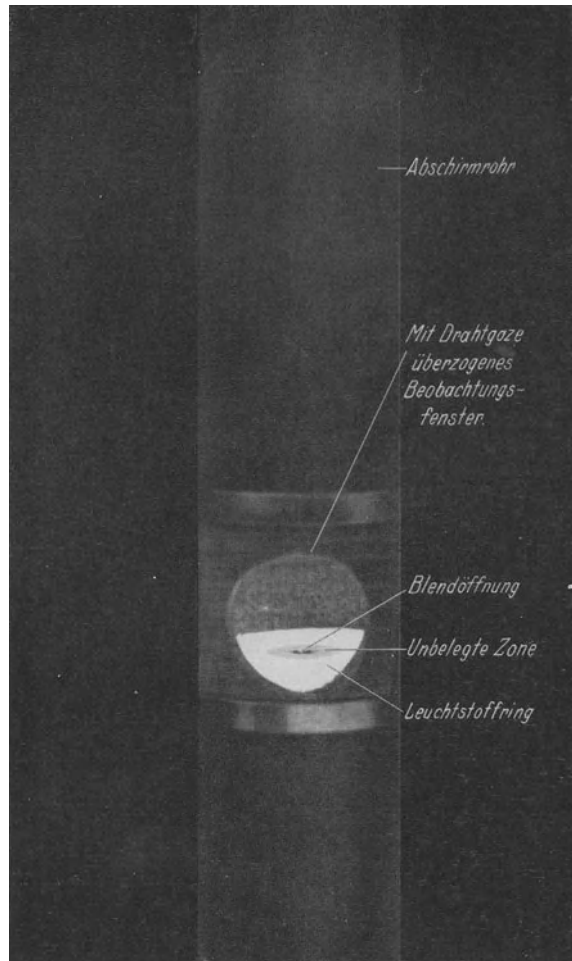


Abb. 24. Kreisringleuchtschirm auf einer Blende des Strahlenganges.



Eine wichtige Tatsache für die praktisch erreichbare *Energieausbeute*, das heißt für die Empfindlichkeit der photographischen Methode bei Elektronenerregung besteht darin, daß die Elektronenstrahlung in der lichtempfindlichen Schicht bis zu Spannungen von etwa 20 kV wegen der dann bestehenden geringen Eindringtiefe der Elektronen fast vollkommen absorbiert wird, während die Röntgenstrahlung, insbesondere bei den höheren Voltgeschwindigkeiten zum weitaus überwiegenden Teile ungeschwächt in den Raum gestrahlt wird. Da nach dem GROTTIUS-DRAPERschen Grundgesetz die Absorption der Strahlung

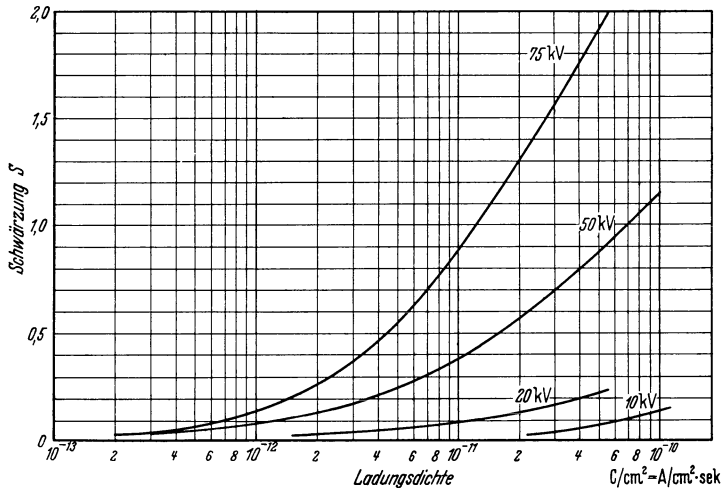


Abb. 25. Schwärzung einer photographischen Schicht als Funktion der Ladungsdichte für verschiedene Anodenspannungen (Agfa-Isoschicht).

Bedingung für den Eintritt der photochemischen Reaktion ist, kann bei reiner Elektronenerregung praktisch eine besonders intensive Schwärzung erwartet werden.

Die Größe der *Schwärzung* der *photographischen Schicht*

$$S = \log \frac{\text{einfallende Lichtmenge}}{\text{durchfallende Lichtmenge}}$$

als Funktion der Ladungsdichte für verschiedene Anodenspannungen ist in Abb. 25 auf Grund einer Arbeit von B. v. BORRIES und M. KNOLL<sup>1</sup> angegeben. Maßgebend für die Schwärzung bei gegebener Anodenspannung ist die auffallende Ladungsdichte. Die letztere kann sich beliebig zusammensetzen aus dem Produkt von Stromdichte und Bestrahlungszeit. Bei der in Abb. 25 vorausgesetzten etwa 0,02 mm starken Agfa-Isoschicht nimmt bis zu 75 kV die Empfindlichkeit bzw. Schwärzung zu. Erst bei noch höheren Spannungen bewirkt die starke Abnahme der Elektronenabsorption in der Photoschicht eine Verringerung der Schwärzung. Grundsätzlich liegt derjenige Anodenspannungswert, der mit der kleinsten Ladungsdichte eine bestimmte Schwärzung erzielt, um so niedriger, je kleiner die Schichtdicke ist. Doch sind diese Abhängigkeiten nicht sehr ausgeprägt, da nach Abb. 20 die Eindringtiefe vom Quadrat der Anodenspannung abhängt.

Aus Gründen der Ausbeute erscheint es zunächst zweckmäßig, die Dicke der photographischen Schicht etwa gleich der Eindringtiefe der Elektronen bei

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. M. KNOLL: Die Schwärzung photographischer Schichten durch Elektronen und elektronenerregte Fluoreszenz. Phys. Z. Bd. 35 (1934) Heft 7 S. 279.

einer vorausgegebenen Betriebsanodenspannung zu wählen. Ähnlich wie bei Leuchtschirmen sind jedoch im Hinblick auf die Abnahme des Auflösungsvermögens bei Steigerung der Schichtdicke enge Grenzen in der Dickenwahl der Photoschicht gegeben. In einem späteren Abschnitt (E II) wird noch ausführlich auf die Gesichtspunkte eingegangen werden, die sich aus der Mitberücksichtigung dieser Größe für die günstigste Bemessung der Photoschicht ergeben.

Zur theoretischen Erfassung der Vorgänge, die das *Auflösungsvermögen photographischer Schichten* bei Elektronenerregung bestimmen, ist es wichtig zu wissen, ob und wie stark an der Schwärzung bei den Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskopie die in der Auftreffzone, das heißt in der Schicht und im Schichtträger entstehende Röntgenfluoreszenzstrahlung beteiligt ist. Kurven aus der in diesem Abschnitt zitierten Arbeit von v. BORRIES und KNOLL zeigen, daß schon von Anodenspannungen über 5000 V ab der Schwärzungsanteil durch die Röntgenstrahlung um 2 bis 3 Größenordnungen kleiner ist als der Anteil durch reine Elektronenstrahlung. Die Schwärzung durch entstehende Röntgenstrahlung kann daher vernachlässigt werden. Ähnlich liegen die Verhältnisse bei dem Schwärzungsanteil durch Fluoreszenzstrahlung des Schichtträgers und der Schicht selbst. Zur theoretischen Untersuchung des Auflösungsvermögens photographischer Schichten dürfte es daher — hinreichend feines Korn vorausgesetzt — genügen, die räumliche Verteilung allein der Elektronenstrahlung in der Schicht zu berechnen.

Im Rahmen dieses Abschnittes sei noch der Vorschlag<sup>1</sup> erwähnt, die Photoschichten, möglichst schon bei der Herstellung, durch bekannte Desensibilisatoren (wie z. B. Pinakryptolgrün) für gewöhnliches Licht unempfindlich zu machen. Elektronenempfindlichkeit und Auflösungsvermögen werden hierdurch nicht wesentlich verschlechtert, während die Handhabung des Photomaterials sich erheblich einfacher gestaltet.

Die in Abb. 25 zugrunde liegende für Platten und Filme handelsübliche photographische Schicht ergibt bei 75 kV Anodenspannung eine für die meisten Fälle ausreichende Schwärzung von 0,9 bei nur  $10^{-11}$  Coul/cm<sup>2</sup> Ladungsdichte. Neben der Aufzeichnung auf durchsichtige photographische Materialien ist für elektronenmikroskopische Zwecke auch die Anwendung *photographischer Papiere* recht vorteilhaft, da bei den letzteren infolge des doppelten Lichtdurchganges durch die Schicht bereits mit halber Schichtdicke<sup>2</sup> die gleiche wirksame Schwärzung zu erzielen ist. Ein für Elektronenstrahlung gut geeignetes Papier ist das Osziloxpapier der Technophot, Berlin-Neukölln. Unter den normalen durchsichtigen Materialien ist die nur etwa  $6 \cdot 10^{-3}$  mm starke Agfa-Isopan FF-Schicht zu empfehlen. Die besten Ergebnisse vermitteln, wie unten gezeigt wird, *feinkörnige bindemittelfreie Photoschichten*.

In den vorstehenden Kapiteln wurden, soweit der Raum es erlaubte, die allgemeinen physikalischen Grundlagen der Elektronenmikroskopie ohne Beschränkung auf bestimmte elektronenoptische Anordnungen besprochen. Die Behandlung der speziellen Ausführungsformen und die Abschätzung ihrer Leistungsgrenzen bilden den Gegenstand der folgenden beiden Abschnitte.

<sup>1</sup> GÁBOR, D.: Sonderheft Kathodenoszillograph. Forsch.-Hefte Studienges. Höchstspannungsanlagen Bd. 1 (1927) Heft 1 S. 19.

<sup>2</sup> Über die Bedeutung dieser Tatsache für das Auflösungsvermögen vgl. Abschnitt E II.

## B. Die theoretischen Grundlagen des Elektronenmikroskopes.

### I. Wirkungsweise.

Mit Hilfe der besprochenen Elektronenquellen, Elektronenlinsen und Elektronenindikatoren lassen sich Vergrößerungen von Objektstrukturen mit Anordnungen erzielen, die weitgehende Analogie zu den Anordnungen der Lichtmikroskopie aufweisen. Ebenso wie in der Lichtmikroskopie bewirken auch in der Übermikroskopie im allgemeinen zwei Vergrößerungsstufen die Gesamtvergrößerung des Instrumentes. Um das Verständnis der Wirkungsweise zu erleichtern, soll zunächst für eine *einzigste Vergrößerungsstufe* die Vereinigung von Elektronenquellen, Objekt und Elektronenlinse zu einem elektronenoptischen Vergrößerungssystem behandelt werden.

#### 1. Abbildung von Objekten mit Eigen- oder Fremdstrahlung.

Einstufige Anordnungen für die Abbildung von Objekten mit Eigen- oder Fremdstrahlung sind in Abb. 26 schematisch dargestellt. Ein grundsätzlicher

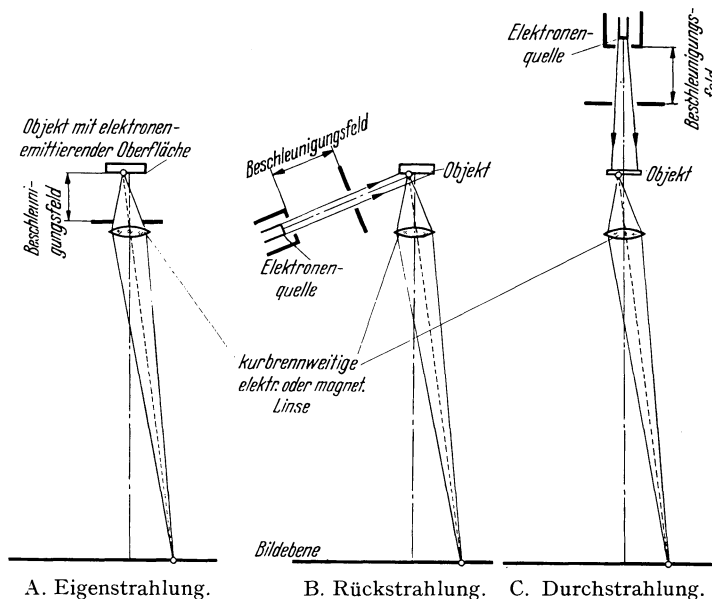


Abb. 26. Abbildung von Objekten mit Eigen- oder Fremdstrahlung (schematische Darstellung für eine Vergrößerungsstufe).

Unterschied besteht zwischen der Abbildung von selbststrahlenden Objekten und von Objekten, die aus getrennten Elektronenquellen beleuchtet werden. Im ersteren Falle greift das Beschleunigungsfeld unmittelbar an der Objekt-oberfläche an (Abb. 26A), während im zweitgenannten Falle (Abb. 26B und C) Elektronenquellen und Beschleunigungsfeld sich außerhalb der Objektzone befinden. Aus den oben wiedergegebenen Brennweitenformeln geht hervor,

daß sowohl bei elektrostatischen als auch bei magnetischen Linsen die Größe der Brennweite von der Voltgeschwindigkeit der den Linsenraum durchsetzenden Elektronen abhängt. Elektronenlinsen, die innerhalb eines gewissen Spannungsbereiches gleichbleibende Brennweiten besitzen, achromatische Elektronenlinsen, konnten bisher in für die Praxis ausreichender Güte nicht hergestellt werden. Aus diesem Grunde kommt es bei der Elektronenmikroskopie stets darauf an, daß die *Geschwindigkeiten der zur Abbildung verwendeten Elektronen* weitgehend *homogenisiert* werden, ehe die Elektronen die erste Linse durchfliegen. Diese Forderung wird dadurch erfüllt, daß eine Beschleunigungsspannung angewendet wird, die sehr groß ist gegenüber der natürlichen Voltgeschwindigkeitsstreuung der Elektronen beim Austritt aus der Kathode bzw. nach der Beeinflussung durch das Objekt.

Die *Beobachtung von Objekten mit Eigenstrahlung*<sup>1</sup> beschränkt sich auf einen verhältnismäßig kleinen Aufgabenkreis. Sie findet Anwendung bei der Untersuchung der Emissionsvorgänge von Glühkathoden und bei der Untersuchung von lichtelektrischer Elektronenauslösung durch sichtbares, ultraviolettes und Röntgenlicht<sup>2</sup>. Auch lassen sich Strukturen mit diesem Verfahren erkennen, wenn auf ursprünglich nicht emittierende Objekte dünne Emissionsschichten künstlich aufgebracht werden. Schließlich fallen unter diese Beobachtungsart auch diejenigen Verfahren, bei denen eine sekundäre Elektronenauslösung am Objekt durch auffallende langsame Elektronen- oder Ionenstrahlung stattfindet. Im starken Gegensatz werden bei dem *Rückstrahlungsverfahren*<sup>3</sup> nicht die verhältnismäßig langsamen Sekundärelektronen (Größenordnung 100 V), sondern nur die am Objekt elastisch reflektierten Elektronen zur Abbildung herangezogen, deren Geschwindigkeit annähernd mit der Primärgeschwindigkeit übereinstimmt. Immerhin ist die Geschwindigkeitsstreuung der elastisch reflektierten Elektronen noch so groß, daß der weiter unten ausführlicher besprochene chromatische Abbildungsfehler, zumal bei der Rückstrahlungsmethode eine nachträgliche Homogenisierung nicht stattfindet, große Werte erreicht. Aus diesem Grunde und weil beim Rückstrahlungsverfahren die vom Objekt kommende Elektronenstrahlung nur wenig gerichtet ist und daher außerordentliche Intensitätsverluste entstehen, hat das Rückstrahlungsverfahren auf dem Gebiet übermikroskopischer Forschung keine Bedeutung erlangen können.

Die besten Resultate bei stärksten Vergrößerungen sind ausschließlich mit dem *Durchstrahlungsverfahren*<sup>4</sup> erzielt worden. Das Objekt hat hier z. B. die Form einer dünnen Folie oder befindet sich auf einer dünnen Trägerfolie und wird von schnellen Elektronen durchschossen. Die annähernd mit Primärgeschwindigkeit und noch scharf gerichtet die Objektschicht verlassenden Elektronen führen die Abbildung herbei. Nur bei dem Durchstrahlungsverfahren lassen sich, und zwar durch Anwendung hoher Beschleunigungsspannungen in dem vom Objekt räumlich getrennten Beleuchtungssystem, so gleichmäßige Elektronengeschwindigkeiten herbeiführen, daß der chromatische Abbildungsfehler auf und unter die Größenordnung der übrigen, später besprochenen Fehler des

<sup>1</sup> BRÜCHE, E. u. H. JOHANNSON: Kinematographische Elektronenmikroskopie von Oxydkathoden. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 15 (1932) Heft 2 S. 145.

<sup>2</sup> Das auf die Untersuchung der Kaltmission feinsten Metallspitzen spezialisierte, sog. Feldelektronenmikroskop kann in diesem Zusammenhang unberücksichtigt bleiben. MÜLLER, E. W.: Weitere Beobachtungen mit dem Feldelektronenmikroskop. Z. Phys., Bd. 108 (1938) Heft 9/10 S. 668.

<sup>3</sup> RUSKA, E.: Elektronenmikroskopische Abbildung elektronenbestrahlter Oberflächen. Z. Phys. Bd. 83 (1933) Heft 7/8 S. 492.

<sup>4</sup> BRÜCHE, E. u. H. JOHANNSON: Einige neue Kathodenuntersuchungen mit dem elektrischen Elektronenmikroskop. Phys. Z. Bd. 33 (1932) Heft 22 S. 898, Anm. 1, sowie B. v. BORRIES u. E. RUSKA: Die Abbildung durchstrahlter Folien im Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 83 (1933) Heft 3/4 S. 187.

Elektronenmikroskopes herabgedrückt wird. Bei Beobachtung von Objekten mit Eigenstrahlung ist die Anwendung ähnlich hoher Beschleunigungsspannungen nicht möglich, weil das Beschleunigungsfeld zwischen Objektebene und erster Linse liegen muß und andererseits gerade diese Strecke im Interesse kurzer Objektivenbrennweiten möglichst klein zu halten ist. Es ergeben sich daher außerordentlich hohe Feldstärken, die wohl in besonders ausgebildeten elektrischen Linsen beherrschbar sind, nicht jedoch, wenn sie unmittelbar vor nicht entgasten Objekten bestehen. Mit Rücksicht auf die geschilderten Verhältnisse soll sowohl bei der Besprechung der theoretischen Grundlagen als auch bei der Besprechung der praktischen Ausführung von Elektronenmikroskopen nur das Elektronenmikroskop mit Objektdurchstrahlung berücksichtigt werden.

## 2. Strahlengang des Elektronenmikroskopes.

Die Strahlengänge vom magnetischen und elektrostatischen Elektronenmikroskop zeigt Abb. 27 im Vergleich mit dem Strahlengang eines Lichtmikroskopes. In allen drei Fällen ist *Durchsicht-Hellfeldbetrieb* vorausgesetzt. Beim Lichtmikroskop wird die Objektebene von der Lichtquelle über ein Kondensornsystem beleuchtet, dessen Apertur sehr groß und dem Aperturwert des Mikroskopobjektives angepaßt ist. Wie aus der schematischen Darstellung ersichtlich ist, wird der Objektpunkt  $P_1$  durch das Objektiv im Punkte  $P_2$  der Zwischenbildebene scharf abgebildet. Der Punkt  $P_2$  wird durch das Okular im Punkt  $P_3$  der Projektionsbildebene zur Abbildung gebracht. Das Verhältnis des Achsenabstandes des Punktes  $P_3$  zum Achsenabstande des Punktes  $P_1$  ergibt die lineare Vergrößerung des Projektionsmikroskopes.

Ein ganz analoger Aufbau findet sich bei den Elektronenmikroskopen. Beim *magnetischen Übermikroskop*<sup>1</sup>, das die erste erfolgreiche Form eines Elektronen-Übermikroskopes darstellte, werden die von der Elektronenquelle kommenden Elektronen hoher und gleicher Voltgeschwindigkeit über eine eisenkapselte magnetische Linse auf das Objekt konzentriert. Mit Hilfe einer kurzbrennweitigen magnetischen Polschuhlinse wird wieder ein Punkt  $P_1$  der Objektebene im Punkte  $P_2$  der Zwischenbildebene abgebildet. Dieser Punkt wiederum wird durch die zweite Polschuhlinse auf den Punkt  $P_3$  der Endbildebene projiziert. In dieser Ebene liegt ein Leuchtschirm oder eine photographische Schicht als Elektronenindikator.

Einen entsprechenden Strahlengang besitzt das *elektrostatische Elektronenmikroskop*<sup>2</sup>. In der gezeichneten Form ist der Kondensator als Beschleunigungslinse ausgeführt. Objektiv und Projektionslinse sind als kurzbrennweitige Einzellinsen ausgebildet.

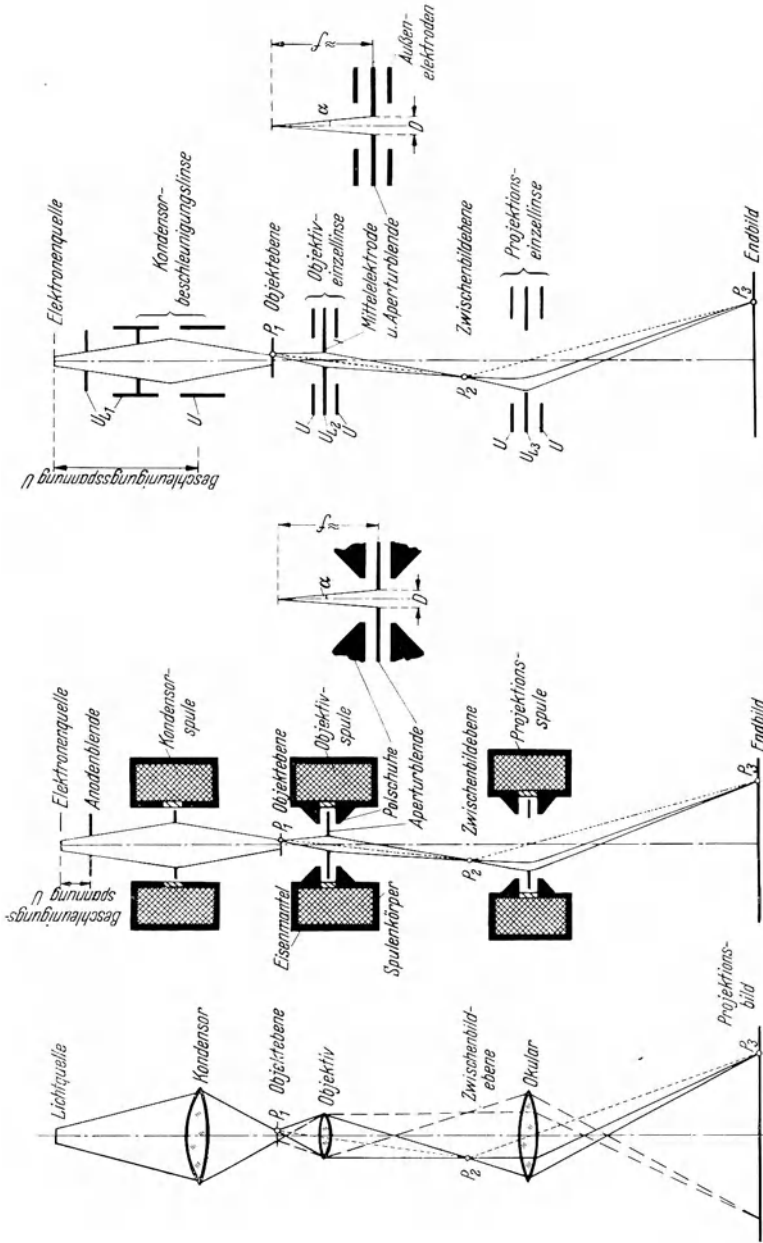
In vielen Fällen kann insbesondere auf Kosten der Intensität zur Vereinfachung von Instrument und Bedienung sowohl bei dem magnetischen als auch bei dem elektrostatischen Mikroskop ganz auf den Kondensator verzichtet werden. Die Beleuchtung erfolgt dann unter Zwischenschaltung einer Blende unmittelbar vom Strahlerzeugungssystem mit nahezu paralleler Elektronenstrahlung.

Ein charakteristischer Unterschied der Elektronenmikroskope gegenüber dem Lichtmikroskop besteht darin, daß die *Aperturen* der verschiedenen Linsen *äußerst klein* gehalten sind. Dies ist möglich, weil bei der Bemessung der Linsen der Einfluß des Beugungsfehlers infolge der sehr viel kürzeren Wellenlänge der Elektronenstrahlung viele Größenordnungen kleiner ist, und notwendig, weil die elektronenoptischen Abbildungsfehler sonst kritisch hohe Werte

<sup>1</sup> RUSKA, E.: Über Fortschritte im Bau und in der Leistung des magnetischen Elektronen-Übermikroskopes. Z. Phys. Bd. 87 (1934) Heft 9/10 S. 580.

<sup>2</sup> Gleichzeitig und unabhängig voneinander entwickelt durch H. MAHL und M. v. ARDENNE (vgl. Buchabschnitt J II und die dort angeführten Literaturstellen).

erreichen würden. Praktisch liegen beispielsweise die Werte für die wirksame Apertur des Objektivs 2 bis 3 Größenordnungen unterhalb der Aperturwerte



A. Lichtmikroskop. B. Magnetisches Elektronenmikroskop. C. Elektrostatishes Elektronenmikroskop.

Abb. 27 A, B und C. Strahlengänge von Licht- und Elektronenmikroskopen.

des Lichtmikroskopes (numerische Apertur  $\approx 1$ ). Das äußerst kleine Öffnungsverhältnis des Elektronenobjektivs wird dabei entweder im Objektivsystem selbst durch Anwendung einer Aperturblende feinsten Bohrung oder durch Bemessung des Aperturwertes des Kondensorsystemes herbeigeführt. Die

kleinere der beiden Aperturen, das heißt der Ausgangsapertur des Kondensorsystems oder der gegenstandsseitigen Apertur der Objektivlinse ist als *wirksame* Apertur anzusehen.

Aus der Kleinheit der wirksamen Apertur der Objektivlinse folgt die außerordentlich *hohe Tiefenschärfe der Elektronenmikroskope*. Erst diese hohe Tiefenschärfe erlaubt praktisch trotz des großen Auflösungsvermögens eine leichte Schärfeneinstellung und damit eine bequeme Handhabung des Instrumentes. Unter der Tiefenschärfe sei diejenige Strecke in Millimetern verstanden, um die das Objekt in Richtung der optischen Achse verschoben werden kann, bis die durch die Verschiebung entstehende Bildunschärfe (Zerstreuungskreis) gleich dem Auflösungsvermögen des Mikroskopes wird. Aus dieser Definition ergibt sich die Tiefenschärfe zu:

$$T = \frac{2 \cdot f \cdot d}{D}.$$

Hierin bedeutet

$$\frac{D}{2f} = \sin \alpha$$

die wirksame Objektivapertur und  $d$  das Auflösungsvermögen. Die vorstehende Beziehung soll durch folgendes Zahlenbeispiel erläutert werden. Das wirksame Öffnungsverhältnis sei  $5 \cdot 10^{-3}$  und das Auflösungsvermögen  $10^{-6}$  mm. Dann erreicht die Tiefenschärfe den Wert  $4 \cdot 10^{-4}$  mm.

Soll die Tiefenschärfe vom Elektronenmikroskop und Lichtmikroskop miteinander verglichen werden, so empfiehlt es sich die Tiefenschärfe auf das Auflösungsvermögen zu beziehen. Man erhält dann unter den Annahmen des obigen Beispiels für das Elektronenmikroskop den Wert

$$\frac{T}{d} = 400,$$

während beim Lichtmikroskop unter Annahme von  $\sin \alpha = 0,95$  und  $d = 2 \cdot 10^{-4}$  mm die Größe  $T/d = 1,05$  wird. ( $T = 2 \cdot 10^{-4}$  mm!) Der gegenüber dem Lichtmikroskop um fast drei Größenordnungen höhere  $T/d$ -Wert bewirkt, daß stets das ganze Gesichtsfeld gleichzeitig scharf eingestellt werden kann, und daß auch in Richtung der optischen Achse ausgedehnte Objekte (mit Flockencharakter; trotzdem kleine wirksame Schichtdicke!) in allen Teilen scharf abgebildet werden. Die große Tiefenschärfe hat zur Folge, daß es nicht wie beim Lichtmikroskop möglich ist, nacheinander verschiedene Objektschichten scharf einzustellen und hieraus die räumliche Gestalt des Objektes zu erkennen. Dafür bietet sie jedoch, wie im Buchabschnitt N dargelegt werden wird, sehr große Vorteile für die Herstellung *stereoskopischer Elektronenbilder*.

Für das Kondensorsystem gestattet die Kleinheit der Objektivapertur die Anwendung langbrennweitiger Linsen. Hierdurch rückt das Kondensorsystem weit von der Objektzone ab, die bereits durch die Polschuhe oder Elektroden des Objektivs und durch die Objektwechsellvorrichtungen stark mit raumbeanspruchenden Konstruktionselementen erfüllt ist. Ein weiterer Vorteil der langbrennweitigen Kondensorenlinse ist darin zu sehen, daß die Abmessungen der Aperturblende im Kondensor größere Werte erreichen und daher ein Übergang zu anderen Blendarten (anderen Beleuchtungsarten) leichter gelingt.

Um bei den außerordentlich hohen Gesamtvergrößerungen eine bequeme *Orientierung* über die *Lage des Endbildausschnittes im Objekt* zu gewinnen, ist es bei den Elektronenmikroskopen zweckmäßig und üblich, auch eine *Bildbetrachtung in der Zwischenbildebene* zu ermöglichen. Dies kann beispielsweise dadurch geschehen, daß in der Zwischenbildebene eine mit einer kleinen Bohrung versehene Blende liegt, die auf ihrer dem Objektiv zugekehrten Seite eine Fluoreszenzschicht trägt.

Durch Beobachtung dieses Fluoreszenzbildes über ein Fenster kann im Zusammenwirken mit mechanischen Objekt- oder Kondensorverstellungen bzw. mit Ablenkungen des Strahlenganges zwischen Objektiv und Zwischenbild gerade eine bestimmte gewünschte Zone des Übersichtsbildes auf die Bohrung der Zwischenbildebene gerückt werden. Diese Zone erscheint dann im Endbild mit der Gesamtvergrößerung des Instrumentes. Die Möglichkeit der Zwischenbildbetrachtung hat den weiteren Vorzug, daß die Zwischenbilder hinsichtlich Helligkeit und Vergrößerung ungefähr den Bildern entsprechen, die das Lichtmikroskop zu liefern in der Lage ist. Die Zwischenbildbeobachtung liefert daher einen Anschluß an die Vergrößerungskraft des Lichtmikroskopes.

Die bildseitige Apertur eines vergrößernden Systemes hat bekanntlich nach dem Sinussatz der Optik den Wert:

$$A' = \frac{A}{V}.$$

Sie berechnet sich also einfach aus dem Verhältnis der Anfangsapertur  $A$  (gegenstandsseitige Objektivapertur) zur linearen Vergrößerung  $V$ . Diese Gesetzmäßigkeit gilt sowohl für einstufige als auch für mehrstufige Anordnungen. Bei der Kleinheit der Objektivapertur und der hohen linearen Vergrößerung der Einzelstufe (Größenordnung 100) ist schon die Apertur am Zwischenbild so klein, daß es praktisch für die Schärfeneinstellung nicht mehr darauf ankommt, daß der Übersichtleuchtschirm genau mit der Zwischenbildebene zusammenfällt. Im *Endbild* liegen die *Aperturwerte des Strahlenganges* bei Übermikroskopen in der *Größenordnung*  $10^{-6}$  und weniger, so daß bei einem Auflösungsvermögen des Elektronenindikators von beispielsweise  $10^{-3}$  mm die Ebene des Elektronenindikators um 1 m gegenüber der wahren Endbildebene verschoben werden könnte, bis die Unschärfe bemerkbar wird. Es besteht also hier die eigentlich nur bei der idealen Lochkamera bekannte Eigenschaft, daß das *Bild für beliebige Bildweiten* im ausnutzbarem Bildraum *gleichmäßig scharf* ist. Man hat daher die Möglichkeit, an beliebiger Stelle des Strahlenganges hinter der Projektionspule durch Einschieben von Leuchtschirmen Bilder zur Schärfenkontrolle zu erzeugen.

Zur Schärfeneinstellung des Endbildes und damit zugleich auch des Zwischenbildes ist es lediglich notwendig, die Brennweite der Objektivlinse zu verändern. Änderungen der Brennweiten der Projektionslinsen haben allein die Aufgabe, die Gesamtvergrößerung des Instrumentes auf den gewünschten Betrag einzuregeln.

### 3. Die Entstehung der Bildkontraste.

Bei der Entstehung der Kontraste in Bildern, die nach dem Durchstrahlungsverfahren hergestellt werden, kann zwischen zwei Arten der Intensitätsmodulation in der Objektschicht unterschieden werden. Die beiden Modulationsarten beruhen auf den Eigenschaften von Elektronenstrahlen, daß sie in mit Materie erfüllten Räumen absorbiert oder gestreut werden. Parallel zu diesen Vorgängen findet ein Geschwindigkeitsverlust der Elektronenstrahlen statt. Für die Beeinflussung sind maßgebend Dicke und Dichte der Objektschicht bzw. ihr Produkt die *Massendicke*. Bei der Wiedergabe größerer und dichter Objekte, das heißt solange es sich um Bilder mit Silhouettencharakter handelt, kann eine Bildmodulation durch Elektronenabsorption am Objekt erfolgen. Scharfe Bilder mit Halbtönen sind mit Intensitätsmodulation durch Elektronenabsorption nicht zu erzielen. *Elektronenmikroskopbilder mit Halbtönen entstehen praktisch ausschließlich durch Unterschiede der räumlichen Elektronenstreuung in den Objektelementen* in Verbindung mit der nachfolgenden Ausblendung durch die Öffnung des Objektivs bzw. in Verbindung mit Bevorzugung des mittleren Streukegels für die Abbildung



bei schwacher Streuung. Einzelheiten über die Größe der Elektronenstreuung und die Intensitätsverteilung im Streukegel in Abhängigkeit von der Dicke der Objektschicht konnten mit Hilfe des im Buchabschnitt C besprochenen Elektronen-Rastermikroskopes, und zwar auf ohne Registrierblende gewonnenen Registrierungen festgestellt werden. Die auf Grund lichtmikroskopischer Untersuchungen der Schwärzungsverteilungen der Registrierzeile gefundenen Ergebnisse sind in der Darstellung Abb. 28 schematisch gezeichnet. Der stark schraffierte vom Kondensator herkommende und auf ein bestimmtes Objektelement

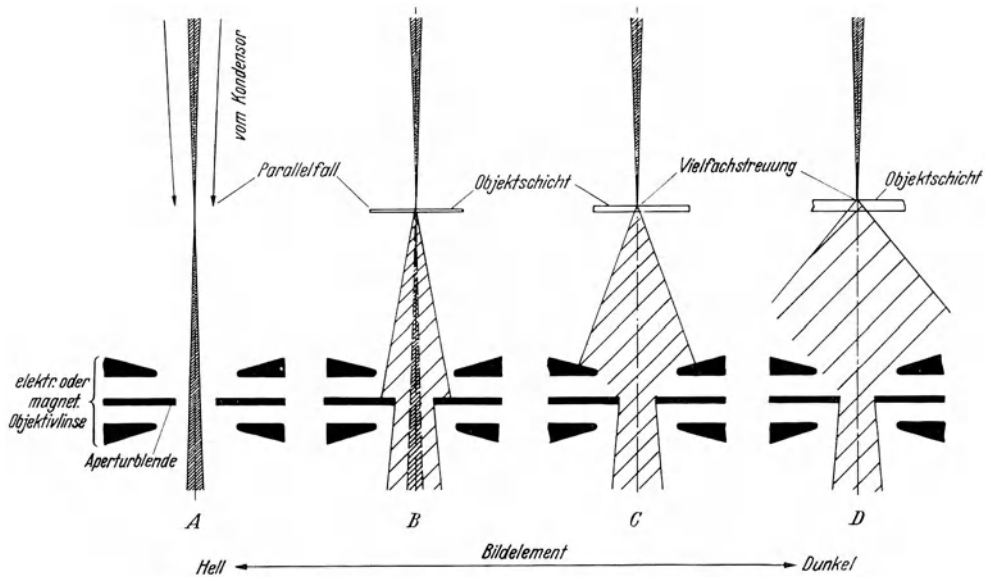


Abb. 28 A, B, C und D. Die Entstehung der Bildkontraste durch verschiedene starke Streuung der Elektronen in der Objektschicht.

auffallende Elektronenkegel wird im Objekt mehr oder weniger gestreut je nach der Dicke und Dichte der Objektschicht im durchstrahlten Objektraum. Solange die Objekte Foliencharakter besitzen zeigt sich, daß in der Streuverteilung die wenig gestreuten Elektronen stark bevorzugt sind. Falls die Kondensorapertur kleiner als die Objektivapertur gewählt wird, tritt dann der Fall ein, daß der mittlere, der Kondensorapertur entsprechende Strahlenkegel überwiegend zur Bildentstehung beiträgt<sup>1</sup> (Abb. 28 B). Die Bildkontraste entstehen dann dadurch, daß die Intensität des mittleren Kegels auf Kosten der seitlich weggestreuten Elektronen schwankt. Auf das Vorliegen dieser Verhältnisse ist indirekt aus der Konturenschärfe elektronenmikroskopischer Bilder geschlossen worden<sup>2</sup>, die bei starker Vergrößerung der Objektivapertur ( $10^{-2}$  bis  $0,3$ ) gegenüber der Kondensorapertur ( $10^{-3}$ ) relativ wenig abnahm. Andererseits sei in diesem Zusammenhang die experimentelle Beobachtung des Verfassers erwähnt, daß bei Verkleinerung der reellen Objektivapertur von  $10^{-2}$  bis  $2 \cdot 10^{-3}$  und einer Kondensorapertur von  $10^{-3}$  die Bildschärfe noch zunimmt. Bei dem vom Verfasser bevorzugten Arbeiten mit möglichst kleinen reellen Objektivaperturen und stets bei größerer

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Über die Bildentstehung im Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 11 S. 402.

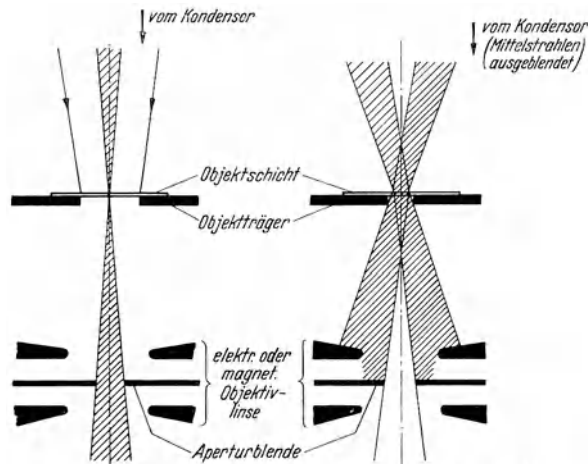
<sup>2</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Eigenschaften der übermikroskopischen Abbildung. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 281.

Schichtdicke (bzw. Massendicke) tritt die Bevorzugung der Intensität der wenig gestreuten Elektronen zurück und es bildet sich schließlich die der Fehlerverteilung entsprechende Verteilungskurve der Vielfachstreuung aus (Abb. 28 C und D). Der Strahlungsanteil, der die Objektivblende durchsetzt, hängt dann von dem Verhältnis der Objektivapertur zu der Apertur des mittleren Streukegels ab. Mit Rücksicht auf die sonst eintretenden Stromverluste darf die Apertur des mittleren Streukegels nicht sehr groß gegenüber der Objektivapertur werden. Ein glücklicher Umstand muß darin gesehen werden, daß die Aperturen der Streukegel bei Durchstrahlung dünnster Objektschichten ( $10^{-5}$  mm) mit Elektronen der Geschwindigkeiten der Übermikroskopie gerade ungefähr die gleiche Größenordnung haben, wie die aus rein elektronenoptischen Gesichtspunkten resultierenden äußerst kleinen Objektivaperturen.

#### 4. Hellfeld- und Dunkelfeldbeleuchtung.

Die mit den zuletzt besprochenen Anordnungen erzielbaren Bilder entsprechen den Durchsicht-Hellfeldbildern der Lichtmikroskopie. Die materiefreien Objektteile erscheinen auf dem Leuchtschirm bzw. der photographischen Kopie hell.

Auch die *Dunkelfeldbeleuchtung* läßt sich bei Elektronenmikroskopen nachbilden. Ein Beispiel<sup>1</sup> für die Führung des Strahlenganges bei Dunkelfeldbetrieb veranschaulicht Abb. 29 B. Das Objekt wird hier nur mit solchen Strahlen beleuchtet, die unter größeren Winkeln gegen die optische Achse einfallen als dem Winkel der Objektivapertur. Der der Objektivapertur entsprechende Anteil des Bestrahlungsbündels wird durch Ausblendung der Mittelstrahlen in der Aperturblende des Kondensors fortgenommen. Bei guter Zentrierung, bei Ausbildung des Objektträgers als Blende und hinreichend dünnem Objektträgerfilm können keine Elektronenstrahlen durch das Objektiv und damit in das Bild gelangen. Die Strukturen werden ausschließlich durch Strahlen abgebildet, die vom Objekt in das Objektiv abgelenkt worden sind. Materiefreie Stellen des Objektes bleiben also dunkel. Die Sichtbarmachung feinsten Objekte nach Art der Ultramikroskopie, die eine Hauptaufgabe der Dunkelfeldmethode darstellt, gelingt nur dann, wenn die Apertur des Dunkelkegels nur wenig größer ist als die Objektivapertur. Um diese Anpassung zu ermöglichen, muß eine hervorragende Zentrierung der optischen Achsen herbeigeführt werden. Ein recht brauchbarer Dunkelfeldbetrieb, der die Anpassungs- und Zentrierschwierigkeiten umgeht, läßt sich auch mit Hellfeldblenden im Kondensorsystem dadurch erreichen, daß eine kleine Dezentrierung des Beleuchtungssystems gegenüber



A. Durchsicht Hellfeld. B. Durchsicht Dunkelfeld.

Abb. 29 A und B. Hellfeld- und Dunkelfeldbeleuchtung.

Bei guter Zentrierung, bei Ausbildung des Objektträgers als Blende und hinreichend dünnem Objektträgerfilm können keine Elektronenstrahlen durch das Objektiv und damit in das Bild gelangen. Die Strukturen werden ausschließlich durch Strahlen abgebildet, die vom Objekt in das Objektiv abgelenkt worden sind. Materiefreie Stellen des Objektes bleiben also dunkel. Die Sichtbarmachung feinsten Objekte nach Art der Ultramikroskopie, die eine Hauptaufgabe der Dunkelfeldmethode darstellt, gelingt nur dann, wenn die Apertur des Dunkelkegels nur wenig größer ist als die Objektivapertur. Um diese Anpassung zu ermöglichen, muß eine hervorragende Zentrierung der optischen Achsen herbeigeführt werden. Ein recht brauchbarer Dunkelfeldbetrieb, der die Anpassungs- und Zentrierschwierigkeiten umgeht, läßt sich auch mit Hellfeldblenden im Kondensorsystem dadurch erreichen, daß eine kleine Dezentrierung des Beleuchtungssystems gegenüber

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Das Elektronenmikroskop und seine Anwendungen. Z. VDI Bd. 79 (1935) Heft 17 S. 519 sowie H. BOERSCH: Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop. Ann. Phys., Lpz. Bd. 26 (1936) Heft 7 S. 631.

dem Objektivsystem eingeführt wird. Auch dann gelangt die von der Elektronenquelle kommende Strahlung nicht mehr unmittelbar in die kleine Objektivöffnung, sondern nur die am Objekt schwach gestreute Strahlung. In der schematischen Darstellung Abb. 29B fällt dann beispielsweise oberhalb der Objektschicht der rechts von Objektivachse und unterhalb der Objektschicht entsprechend links gelegene Strahlenanteil fort. Im Unterschied zum ultramikroskopischen Arbeiten beim Lichtmikroskop, wo die streuenden Teilchen Kugeln aussenden, hat man es beim Dunkelfeld-Elektronenmikroskop mit einer Streuung von kleinen Winkelbeträgen zu tun.

Durch die vorstehenden Kapitel sind die verschiedenen Abbildungsmöglichkeiten des Elektronenmikroskopes grundsätzlich besprochen. Die Abschätzung des erreichbaren Auflösungsvermögens erfordert das quantitative Eingehen auf die einzelnen die Bildgüte beeinflussenden Faktoren.

## II. Die Grenzen für das Auflösungsvermögen.

Bei der Abbildung von Gegenständen mit Hilfe von Elektronenstrahlen besteht infolge der kurzen Wellenlänge die Möglichkeit, ein wesentlich höheres Auflösungsvermögen zu erreichen als mit dem Lichtmikroskop. Aus dieser Erkenntnis heraus ist 1932 das Elektronenmikroskop<sup>1</sup> entstanden. In der von E. RUSKA<sup>2</sup> einige Zeit später angegebenen Form erreichte das magnetische Elektronenmikroskop 1936, wie F. KRAUSE<sup>3</sup> nachgewiesen hat, praktisch das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes. Durch weitere experimentelle Fortschritte<sup>4</sup> konnte 1938 das Auflösungsvermögen des magnetischen Elektronenmikroskopes auf  $10^{-5}$  mm und 1 Jahr später<sup>5</sup> auf  $7 \cdot 10^{-6}$  mm gesteigert werden. Durch Entwicklungsarbeiten des Verfassers<sup>6</sup> ist Ende 1939 die Auflösungsgrenze weiter bis  $3 \cdot 10^{-6}$  mm hinausgerückt und damit das Unterscheidungsvermögen des Lichtmikroskopes um fast zwei Größenordnungen übertroffen worden. Die gleichen Arbeiten<sup>6</sup> brachten die ersten übermikroskopischen Dunkelfeld-Elektronenbilder und zeigten für diese ein Auflösungsvermögen von mindestens  $5 \cdot 10^{-6}$  mm.

Für das elektrostatische Elektronenmikroskop und Hellfeldbetrieb konnte H. MAHL<sup>7</sup> im Frühjahr 1940 ein Auflösungsvermögen von  $8 \cdot 10^{-6}$  mm nachweisen. Die Fortschritte der letzten Jahre sind zu einem großen Teil darauf zurückzuführen, daß die verschiedenen Fehler bei elektronenmikroskopischen Abbildungen sowie ihre Abhängigkeiten und ihr Zusammenwirken systematisch untersucht wurden. So konnten die Grenzen für das Auflösungsvermögen erkannt und durch Konstruktionsmaßnahmen sowie günstige Dimensionierungen hinausgeschoben werden.

<sup>1</sup> KNOLL, M. u. E. RUSKA: Das Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 78 (1932) Heft 5/6 S. 318.

<sup>2</sup> RUSKA, E.: Über Fortschritte im Bau und in der Leistung des magnetischen Elektronenmikroskopes. Z. Phys. Bd. 87 (1934) Heft 9/10 S. 580 und E. RUSKA: Über ein magnetisches Objektiv für das Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 89 (1934) Heft 1/2 S. 90.

<sup>3</sup> KRAUSE, F.: Elektronenoptische Aufnahmen von Diatomen mit dem magnetischen Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 102 (1936) Heft 5/6 S. 417.

<sup>4</sup> Zum Beispiel v. BORRIES u. E. RUSKA: Der Stand des Übermikroskopes. Z. VDI Bd. 82 (1938) Heft 32 S. 937.

<sup>5</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 225.

<sup>6</sup> ARDENNE, M. v.: Ergebnisse einer neuen Elektronen-Übermikroskopanlage. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 8 S. 113. — Über ein Universal-Elektronenmikroskop für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobildbetrieb. Z. Phys. Bd. 115 (1940) Heft 5/6 S. 339.

<sup>7</sup> MAHL, H.: Das elektrostatische Elektronen-Übermikroskop. Sonderdruck Jb. AEG.-Forschung Bd. 7 (1940) Heft 1 S. 11.

Das Schema des magnetischen und elektrostatischen Elektronenmikroskopes findet sich schon in Abb. 27 wiedergegeben. Bei diesen Anordnungen wird das Auflösungsvermögen durch folgende Fehler begrenzt<sup>1</sup>.

1. Der Fehler durch Beugung der Elektronenwellen am Objekt.
2. Der Fehler durch Raumladungseinflüsse auf den Strahlengang.
3. Der Öffnungsfehler des Objektivs.
4. Der chromatische Fehler durch den Einfluß der Geschwindigkeitsverteilung bei der Elektronenquelle, durch Elektronenstreuung in Objekt und Trägerfolie und durch unvermeidliche Spannungsschwankungen der Stromquellen.
5. Der Fehler durch schwankende Bildfelddrehung.
6. Der Fehler durch räumliche Streuung der Elektronen im Objekt.
7. Der Fehler durch magnetische Streufelder und durch allgemeine magnetische Störfelder.

Um den Vergleich der verschiedenen Fehler untereinander zu erleichtern, und um eine einfache Bestimmung des resultierenden Auflösungsvermögens zu ermöglichen, sollen im folgenden die *verschiedenen Fehler stets in die Objektebene zurückprojiziert* werden.

Bei allen Fehlern ergeben sich von Fall zu Fall etwas verschiedene Intensitätsverteilungen an Konturen. Soweit die Fehler nicht durch Auslenkungen verursacht sind, nähern sich diese Verteilungskurven bei Abbildung eines idealen Punktes der bekannten GAUSSSchen Fehlerkurve an. Man wird dann die *Halbwertsbreite der Verteilungskurve als Fehlergröße* anzusehen haben. Etwa in der gleichen GröÙeliegt auch, wie Abb. 30 für die Abbildung zweier eng benachbarter Punkte und einer Kante zeigt, das *Auflösungsvermögen*.

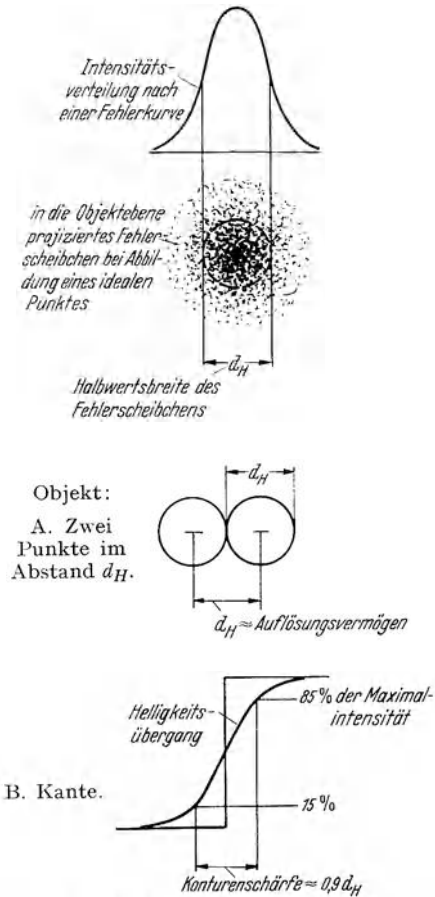


Abb. 30. Fehlergröße und Auflösungsvermögen.

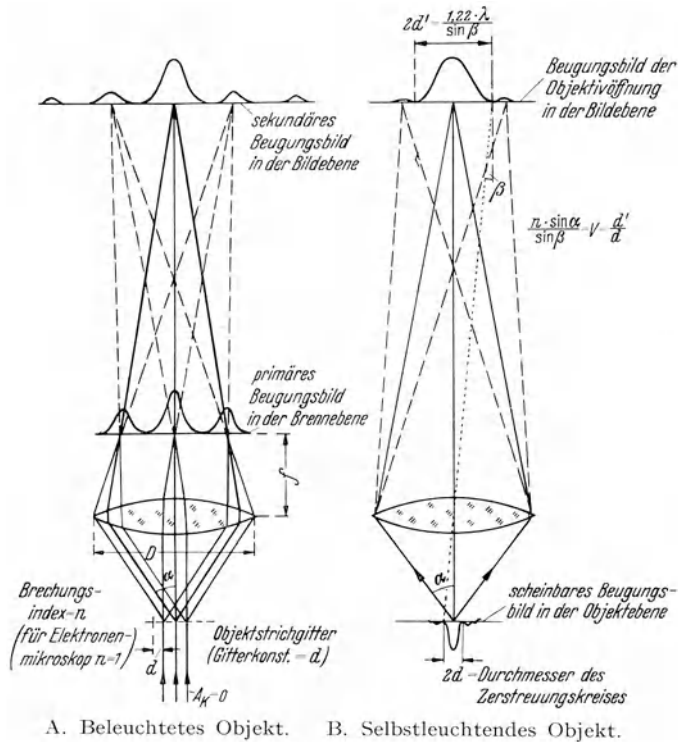
## 1. Der Beugungsfehler.

Die Theorie des Beugungsfehlers beim Elektronenmikroskop ist eine einfache Abwandlung der Beugungstheorie des Lichtmikroskopes unter Einführung der de Broglie-Wellenlänge. Beim Lichtmikroskop wird nach dem Vorgehen von E. ABBE der Beugungsfehler für den idealisierten Fall einer gitterartigen Objektstruktur gemäß Abb. 31 A berechnet. Der Winkel  $\alpha$  des ersten seitlichen Beugungsmaximums folgt bei in Achsenrichtung einfallender paralleler Strahlung aus der Beziehung

$$n \sin \alpha = \frac{\lambda}{d}.$$

<sup>1</sup> ARDENNE, M. V.: Die Grenzen für das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes. Z. Phys. Bd. 108 (1938) Heft 5/6 S. 338.

Hier bedeutet  $d$  die Gitterkonstante (Abstand entsprechender Punkte zweier Spalte) und  $n$  den Brechungsindex des Objektraumes, der für Elektronenmikroskope gleich 1 zu setzen ist. Damit eine Wiedergabe des Gitters zustande kommt, ist zu verlangen, daß mindestens das erste Nebenmaximum mit in das Objektiv fällt. Diese Bedingung ist dann erfüllt, wenn der Öffnungswinkel des Objektivs größer oder gleich  $\alpha$  wird. Bei schräg einfallender Strahlung wird die kleinste



Auflösungsgrenze:

$$d = \frac{\lambda}{n \cdot \sin \alpha} \approx \frac{2 \lambda \cdot f}{n \cdot D} \quad d = \frac{0,61 \cdot \lambda}{n \sin \alpha} \approx \frac{1,22 \cdot \lambda \cdot f}{n \cdot D}$$

Abb. 31. Die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch Beugung.

auf lösbare Strecke herabgesetzt, da dann nur das Hauptmaximum und ein einziges Nebenmaximum zur Abbildung herangezogen werden kann. Bezeichnet  $\alpha_k$  den Winkel der beleuchtenden Strahlung gegen die Achse, so resultiert als Beziehung für die kleinste auflösbare Strecke:

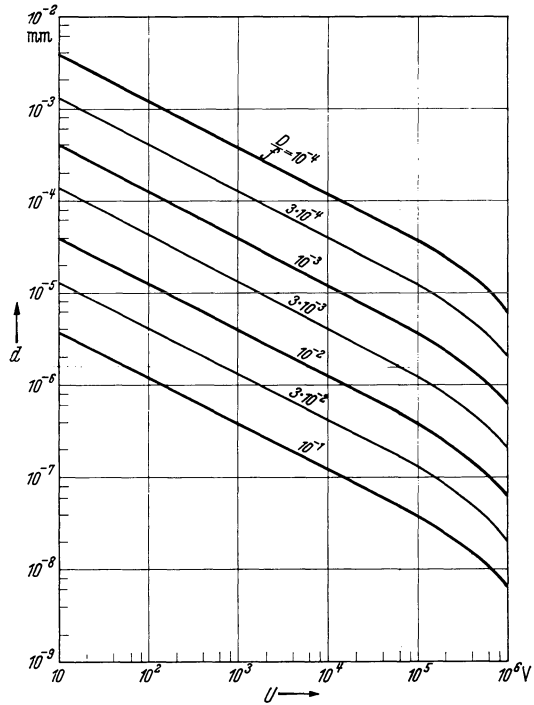
$$d = \frac{\lambda}{n (\sin \alpha + \sin \alpha_k)}$$

Statt der schräg einfallenden Strahlung kann auch näherungsweise die konvergente Beleuchtungsstrahlung eines Kondensors mit der Apertur  $A_k = n \sin \alpha_k$  angenommen werden, da der Hauptintensitätsanteil auf das Randgebiet des Beleuchtungskegels entfällt. Vorstehende Betrachtung gilt für den Fall eines beleuchteten Objektes. Für selbststrahlende Objekte läßt sich eine ähnliche Beziehung gemäß Abb. 31 B ableiten. Die Beugung erfolgt hier an der Objektivöffnung unter Annahme eines idealen Strahlungspunktes in der Objektebene.

Die Zahlenwerte des Beugungsfehlers beim Elektronenmikroskop sind aus den Kurven Abb. 32 für verschiedene Öffnungsverhältnisse des Objektivs unter Annahme von Gleichheit der Apertur von Objektiv und Beleuchtungskondensor zu entnehmen. Man erkennt, daß für eine Anodenspannung von beispielsweise  $10^5$  V, die aus weiter unten besprochenen Gründen nicht wesentlich unterschritten werden darf, das Öffnungsverhältnis nicht unter  $4 \cdot 10^{-3}$  gesenkt werden kann, wenn ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm verlangt wird.

### 2. Der Raumladungsfehler.

Experimentelle Beobachtungen lassen erkennen, daß selbst bei den hohen Stromdichten im Objekt, die notwendig sind, um bei Belichtungszeiten der Größenordnung einer Sekunde ausreichende photographische Schwärzungen zu ergeben, eine kritische Begrenzung des Auflösungsvermögens durch die Raumladung der Elektronenstrahlung noch nicht stattfindet. Überschlagsrechnungen, auf die im Zusammenhang mit dem Raumladungsfehler beim Rastermikroskop noch eingegangen wird, zeigen, daß bei den in der Objektzone gegebenen Intensitätsverhältnissen die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch die Raumladung kleiner als  $10^{-7}$  mm bleibt. Der Raumladungsfehler kann daher in diesem Zusammenhang unberücksichtigt bleiben. — Die stark von den Objektdata abhängige *Aufladestörung durch die Sekundäremission am Objekt* wird weiter unten im Zusammenhang mit experimentellen Beobachtungen (Buchabschnitt O I 2d) besprochen werden.



$$d = \frac{\lambda}{A + A_k} = \frac{1}{A + A_k} \cdot \sqrt{\frac{150}{U}} \cdot (1 - 0,5 \cdot 10^{-6} U) \times 10^{-7} \text{ mm}$$

$U$  = Beschleunigungsspannung in Volt,  
 $A$  = Apertur des Objektivs  $\approx D/2f$ ,  
 $A_k$  = Apertur des Kondensors auf der Objektseite.

Annahme:  $A = A_k$ .

Abb. 32. Die Begrenzung des Auflösungsvermögens  $d$  durch den Beugungsfehler.

### 3. Der Öffnungsfehler.

#### a) Zusammensetzung des Öffnungsfehlers aus den verschiedenen Bildfehlern.

Der Öffnungsfehler setzt sich aus verschiedenen Einzelfehlern zusammen, die alle das gemeinsame Merkmal besitzen, daß sie bei unendlich kleiner Öffnung null werden und mit zunehmender Öffnung anwachsen. Die bekannten fünf *SEIDEL'schen Bildfehler* der Optik, die dadurch entstehen, daß in den Abbildungsgesetzen nur die Glieder bis zur dritten Ordnung berücksichtigt werden, sind in Abb. 33 dargestellt. In der Elektronenoptik sind wegen der Gültigkeit ähnlicher

Abbildungsgesetze wie in der Optik die gleichen Fehlerarten für elektrische und magnetische Linsen gegeben. Neben diesen fünf Fehlern bestehen für normale magnetische Linsen wegen des schleifenförmigen Bahnverlaufes noch folgende drei Bildfehler dritter Ordnung<sup>1</sup>:

6. Anisotrope Koma.
7. Anisotroper Astigmatismus.
8. Anisotrope Verzeichnung.

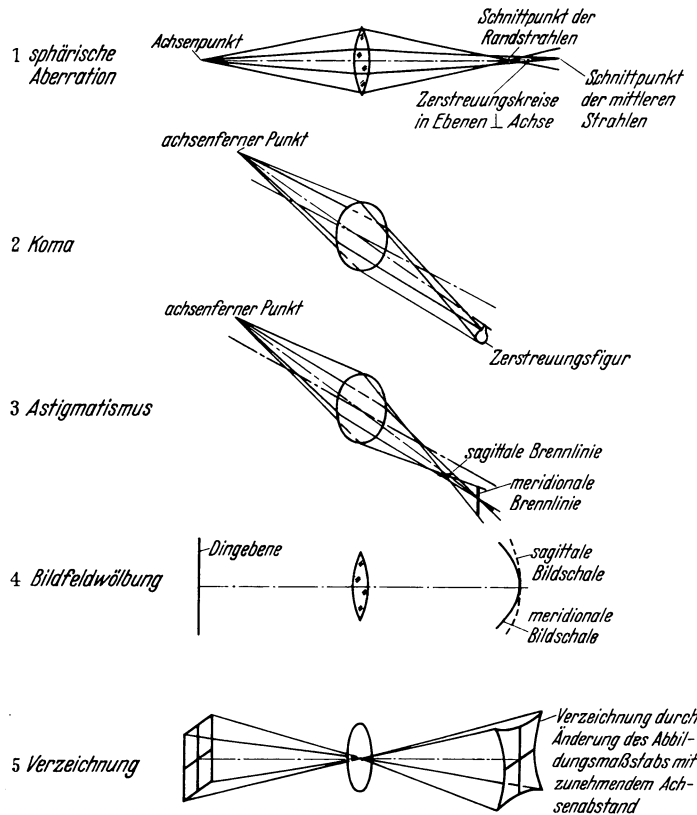


Abb. 33. Die fünf SEIDEL'Schen Bildfehler der Optik.

Öffnungsfehler im Sinne obiger Definition sind die Fehler 1, 2, 3, 6 und 7. Die Bildfehlerwölbung (4) und die beiden Verzeichnungsfehler (5 und 8) können wegen der sehr kleinen Winkelgröße des Objekt- und Bildfeldes in elektronenmikroskopischen Strahlengängen vernachlässigt werden.

Bei idealer Zentrierung und Abbildung achsennaher Objektpunkte besteht nur der durch die Kugelgestalt der brechenden Potentialflächen bedingte Fehler der *sphärischen Aberration*. Die weiter unten gebrachten Kurvenscharen über die Größe des Öffnungsfehlers berücksichtigen daher ausschließlich diesen Bildfehler. Daneben können jedoch bei schlechter Zentrierung bzw. Abbildung achsenferner Objektpunkte auch die Fehler 2, 3, 6 und 7 in elektronenmikroskopischen Strahlengängen von Bedeutung sein.

Der Komafehler stellt eine Erweiterung des Fehlers sphärischer Aberration für gegen die Achse geneigte Strahlenbündel dar. Der Astigmatismus entsteht

<sup>1</sup> GLASER, W.: Z. Phys. Bd. 81 (1933) S. 647.

bei geneigten Strahlengängen durch Auszeichnung zweier Ebenen, einer durch die optische Achse hindurchgehenden Ebene (meridionale Ebene) und einer dazu senkrechten Ebene (sagittale Ebene). Es mag überraschen, daß bei den extrem kleinen Winkelgrößen von Objekt- und Bildfeld Koma und Astigmatismus überhaupt eine Rolle spielen können. Dies rührt daher, daß die reellen oder wirksamen Blendöffnungen in den Mikroskopobjektiven bei kürzester Brennweite praktisch in der Größenordnung von  $3 \cdot 10^{-3}$  bis  $2 \cdot 10^{-2}$  mm liegen. Die zuletzt genannten Fehler können in Erscheinung treten, sobald die Blenden oder die zur Abbildung ausgenützten Objektivzonen um Beträge gegen die optische Achse dezentriert sind, die die Größenordnung der wirksamen Objektivdurchmesser übersteigen. Aus diesem Grunde besteht z. B. ein wichtiges Problem der Ausbildung von Elektronenmikroskopen höchster Auflösung mit reellen Objektivblenden darin, die Optiken (wie bei dem Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers) so zu konstruieren, daß die reellen *Aperturblenden* beispielsweise mit einfachen Drehtischanordnungen unter einem Lichtmikroskop *vorzentriert* und dann bei arbeitendem Instrument *auf mindestens  $5 \cdot 10^{-3}$  mm* genau gegenüber den mit ähnlicher Genauigkeit rotationssymmetrisch herzustellenden Elektroden oder Polschuhen *nachzentriert* werden können. Ganz besondere Bedeutung hat die Blendenzentrierung auch im Hinblick auf den weiter unten besprochenen chromatischen Bildfehler.

### b) Berechnung und Messung des Öffnungsfehlers.

Die rein theoretische Erfassung des Öffnungsfehlers dürfte nur bei elektrostatischen Linsen mit hinreichender Genauigkeit möglich sein. Bei den magnetischen Polschuhlinen stößt die Berechnung wegen der gerade bei kurzen Brennweiten stark ausgeprägten magnetischen Sättigungserscheinungen an den Polschuhen auf kaum überwindbare Schwierigkeiten. Andererseits liegt der Öffnungsfehler bei den betriebsmäßigen Aperturwerten zwangsläufig in der Größenordnung der übrigen Fehler des Elektronenmikroskopes und kann daher nicht für sich allein untersucht werden. Aus diesem Grunde empfiehlt es sich, die Größe des Öffnungsfehlers durch ein gemischt theoretisch-experimentelles Vorgehen zu bestimmen, das heißt die für die Berechnung wichtigen Konstanten aus Messungen bei großen Aperturwerten, also auch großen Fehlerwerten, zu erhalten und dann auf theoretischem Wege die Fehlerabnahme bei Übergang zu kleineren Aperturwerten zu gewinnen.

Ebenso wie in der Lichtoptik<sup>1</sup> berechnet sich auch in der Elektronenoptik bei Abbildung eines unendlich entfernten Punktes der mittlere Durchmesser des durch sphärische Aberration hervorgerufenen Zerstreuungskreises zu:

$$d = C \left( \frac{D}{f} \right)^3 \cdot f.$$

Hierin bedeutet  $C$  eine von der Bauart (Feldkonfiguration im Linsenraum) der Linse abhängige Konstante.  $D$  ist die wirksame Öffnung und  $f$  die Brennweite des Objektivs. Aus der Gleichung geht hervor, daß der *Öffnungsfehler mit der dritten Potenz des Öffnungsverhältnisses abnimmt* und im übrigen der *Objektivbrennweite proportional* ist. Unter der Annahme der Allgemeingültigkeit dieser Beziehung genügt es, zur Bestimmung des Öffnungsfehlers für kleine Aperturwerte den letzteren bei größeren oder großen Aperturwerten in geeigneten Anordnungen zu messen und dann die Extrapolation für den angewendeten kleinen Aperturwert vorzunehmen. Damit nicht zu ungünstige Werte für  $C$

<sup>1</sup> Vgl. beispielsweise W. MERTÉ: Geometrische Optik. Handbuch der Physik, Bd. 18, S. 104. 1927.



experimentell ermittelt werden, ist hierbei nur darauf zu achten, daß die freie Öffnung des Objektivs nicht bis in die Randzone der Felder hineinreicht. Praktisch dürfte es genügen, wenn die Öffnung im Rahmen dieser Messungen nicht größer gewählt wird als 10 bis höchstens 20% der Polschuhbohrungen bei magnetischen Linsen und der Elektrodenbohrungen bei elektrostatischen Einzellinsen.

Eine einfache *Einrichtung zur Messung des Öffnungsfehlers* von Elektronenmikroskopobjektiven, die bei Untersuchungen des Verfassers benutzt wurde,

zeigt Abb. 34. Die geometrischen Abbildungsverhältnisse sind hier so getroffen, daß der Durchmesser der verkleinerten Abbildung der Elektronenquelle auf einem kornlosen Fluoreszenzschirm etwa die Größe des Auflösungsvermögens eines zur Fluoreszenzschirmbeobachtung vorgesehenen Lichtmikroskopes hat. Dann wird in das zu prüfende Objektiv eine Aperturblende solcher Größe eingesetzt, daß der Öffnungsfehler einen mit dem Lichtmikroskop bequem meßbaren Wert annimmt. Um zu ungünstige Fehlerwerte zu vermeiden, muß durch Feineinstellung von Objektivbrennweite oder Leuchtschirmabstand unter Beobachtung der Leuchtfigur für beste Scharfstellung gesorgt werden. Außerdem muß durch Herabsetzung des von der Elektronenquelle ausgehenden Stromes und gegebenenfalls durch periodische Auslenkung des Leuchtfleckes auf dem Schirm darauf geachtet werden, daß keine Fleckverbreiterung durch Aufladung der Schirmoberfläche eintritt. Fehlmessungen durch Aufladungserscheinungen sind bei Uranglasschirmen als Elektronenindikator eher möglich als bei Anwendung von Zinksulfid-Einkristallschirmen, da die letzteren an ihrer Oberfläche eine wesentlich höhere

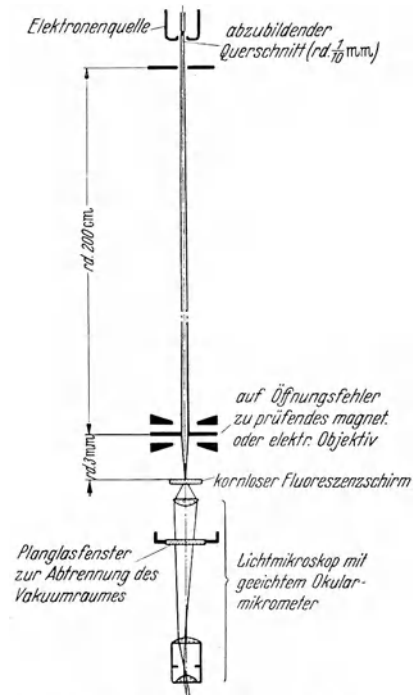


Abb. 34. Einrichtung zur Messung des Öffnungsfehlers von Elektronenmikroskopobjektiven.

Sekundäremission bei den in Frage kommenden Voltgeschwindigkeiten ergeben. — Insbesondere bei magnetischen Polschuhlinen bereitet die *Bestimmung der Brennweite* Schwierigkeiten, weil die genaue Lage des Schwerpunktes der Optik nicht anzugeben ist. Auch die Brennweite läßt sich mit der besprochenen Anordnung Abb. 34 auf einfachste Weise, und zwar aus dem Wert der Verkleinerung bei hinreichend genau bekannter Gegenstandsweite herleiten. Hierzu ist es notwendig, die seitliche Auswanderung des Leuchtschirmfleckes mit Hilfe des geeichten Okularmikrometers zu messen, die eintritt, wenn das Strahlerzeugungssystem mit Anode senkrecht zur optischen Achse der Meßanordnung um einen bestimmten Längenbetrag verstellt wird. Diese seitliche Bewegung kann unter Zwischenschaltung eines einfachen Tombakrohres verhältnismäßig leicht ermöglicht werden. Mit Hilfe von Einrichtungen nach Art der Abb. 34 wurden die Kurvenscharen der im folgenden Abschnitt gegebenen Darstellung zur Größe des Öffnungsfehlers bei verschiedenen Aperturwerten und Brennweiten kontrolliert oder bestimmt.

c) Die Größe des Öffnungsfehlers bei magnetischen Polschuhlin sen und kurz brennweitigen elektrischen Einzellinsen.

Kurven über den Öffnungsfehler kurz brennweitiger Elektronenlinsen als Funktion des Öffnungsverhältnisses sind in Abb. 35 und 36 für verschiedene Brennweiten, gleichmäßige Beaufschlagung der Blendöffnung und unter der Voraussetzung hervorragender Rotationssymmetrie angegeben. Wie die oben links gezeichnete Hilfsfigur erkennen läßt, tritt die Größe  $d$  näherungsweise als mittlerer

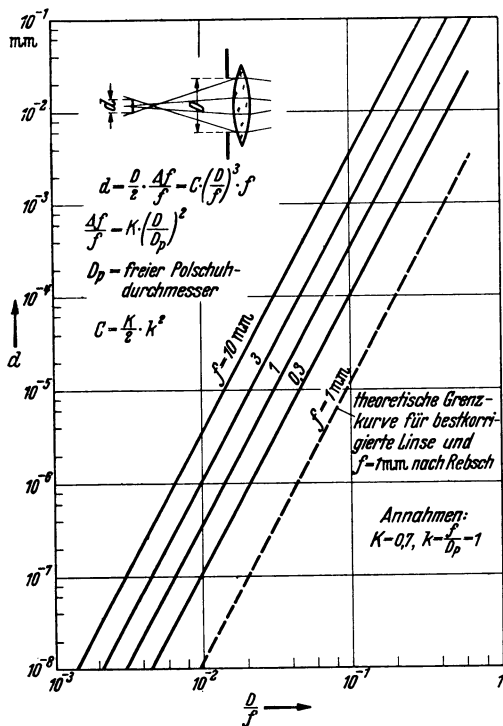


Abb. 35. Der Öffnungsfehler einer magnetischen Polschuhlinse.

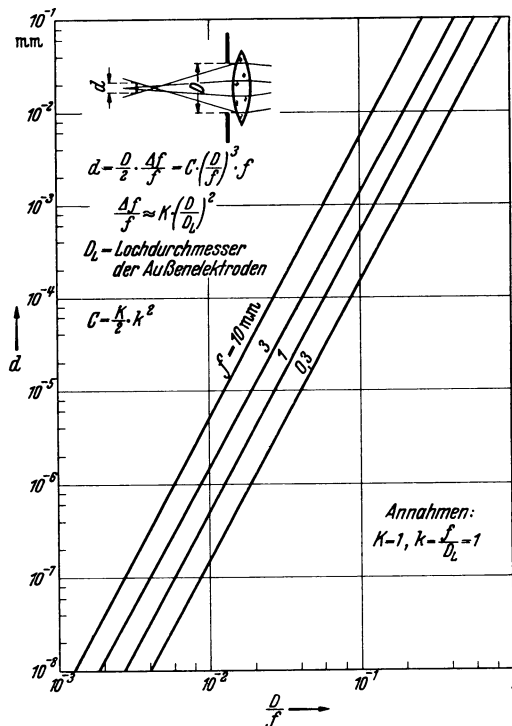


Abb. 36. Der Öffnungsfehler einer elektrostat ischen Einzellinse.

Durchmesser des Streuungskegels der Randstrahlen innerhalb der Schnittweitendifferenz in Erscheinung. Die Konstante  $C$  des im vorausgegangenen Abschnitt angeführten Gesetzes läßt sich auf Grund der in nebenstehenden Abbildungen angegebenen Beziehungen in der Form schreiben:

$$C = \frac{K}{2} \cdot k^2.$$

Neben der allgemeinen Linsenkonstanten  $K$  wurde die Größe:

$$k = \frac{\text{Brennweite}}{\text{wirksamer Bohrungsdurchmesser der Polschuhe}} \quad \text{bzw.} \quad = \frac{\text{Brennweite}}{\text{Lochdurchmesser der Elektroden}}$$

eingeführt, die zweckmäßig als *Linsensfeldapertur* bezeichnet werden kann. Der in den Abbildungen angenommene Wert  $k=1$  ist bei magnetischen Linsen infolge der Sättigungseinflüsse und bei elektrischen Linsen infolge der Feldlänge für höhere Anodenspannungen kaum zu realisieren. Trotzdem ist hier, um die Ausrechnung für andere  $k$ -Werte zu erleichtern und um kommender Entwicklung Rechnung zu tragen, zunächst der günstige Wert  $k=1$  angenommen worden.

Für höhere Zahlenwerte von  $k$  nimmt in den Abbildungen die Größe  $d$  um den Faktor  $k^2$  zu.

Für magnetische Polschuhlinsen wurde die Linsenkonstante  $K$  in Abb. 35 auch mit früheren Messungen von E. RUSKA<sup>1</sup> verglichen. Im Bereich  $3 \cdot 10^{-2}$  bis  $1,5 \cdot 10^{-1}$  für das Öffnungsverhältnis und 3 bzw. 10 mm-Brennweite konnte die Konstante  $K$  durch eine Anzahl Meßpunkte vom Verfasser kontrolliert und ausreichend (für  $k=3$  bis 6) bestätigt werden<sup>2</sup>. Diese Messungen erfolgten zum Teil mit der im letzten Abschnitt besprochenen Einrichtung, zum Teil mit Hilfe von Testobjekten submikroskopischer, bekannter Übergangsschärfe.

In der Abbildung über den Öffnungsfehler magnetischer Polschuhlinsen ist noch gestrichelt eine *theoretische Grenzkurve* für die bestkorrigierte magnetische Linse und 1 mm Brennweite eingetragen. Dieser Grenzkurve liegt eine theoretische Arbeit von REBSCH<sup>3</sup> zugrunde, in der unabhängig von einer gleichzeitig erschienenen Arbeit des Verfassers sich die gleiche oben beschriebene Gesetzmäßigkeit für die Größe des Öffnungsfehlers angeben findet. Nur ist die theoretisch ermittelte Konstante des Gesetzes 28,5mal günstiger als die aus Messungen folgende Konstante. Der Unterschied der Konstanten erklärt sich zwanglos daraus, daß REBSCH die „bestkorrigierte“ Linse (mehrinsiges System mit kleiner, kurzbreitiger Vorderlinse) annimmt, während der experimentell ermittelten Konstanten Linseneigenschaften zugrunde liegen, die bei den zur Zeit üblichen Konstruktionsformen, insbesondere bei symmetrischer Polschuhbauart, bestehen. Außerdem läßt sich ein kleiner Anteil der Abweichung auf Unterschiede der Definition des Auflösungsvermögens mit Hilfe von Helligkeitsverteilungen zurückführen. Auf diesen Anteil, der unterhalb der Größe 2 liegt, soll in diesem Zusammenhang nicht weiter eingegangen werden. Der Grad der möglichen Annäherung an die theoretische Grenze hängt in starkem Maße von den Einflüssen der magnetischen Sättigung an den Polschuhen und damit von der Größe der Elektronengeschwindigkeiten ab. Da in dieser Hinsicht selbst bei Voltgeschwindigkeiten von nur 50 kV keine wesentlichen Reserven mehr zur Verfügung stehen, dürfte eine stärkere Annäherung an die theoretische Grenzkurve, insbesondere bei Objektivbrennweiten der Größenordnung 1 mm, nur sehr schwer möglich sein. Die Kurve für die Brennweite 1 mm und  $k=1$  dürfte etwa der Grenze entsprechen, die praktisch bei Anodenspannungen der Größenordnung 80 kV mit Hilfe sorgfältig durchkonstruierter Polschuhsysteme erreichbar erscheint.

Eine ähnliche Sachlage besteht hinsichtlich kleinster erreichbarer Brennweiten und hinsichtlich der Größe des Öffnungsfehlers bei elektrostatischen Einzellinsen. Nur wird bei elektrischen Linsen die Verkleinerung der Brennweiten nicht durch Sättigungseinflüsse, sondern durch die Zunahme der Durchschlagsgefahr verhindert. In der Darstellung Abb. 36 über den *Öffnungsfehler elektrischer Einzellinsen* mit symmetrischer Elektrodenbauart entspricht den Polschuhbohrungen des magnetischen Objektivs der Lochdurchmesser der Elektroden. Die Konstante des Öffnungsfehlersgesetzes wurde vom Verfasser aus Messungen mit der oben besprochenen Einrichtung experimentell bestimmt.

Im Zusammenhang mit den für praktische Anordnungen gültigen und als theoretische Grenze berechneten Öffnungsfehlerkurven magnetischer und elektrischer Objektive dürfte die Darstellung Abb. 37 Interesse verdienen. Hier ist der theoretisch berechnete und praktisch realisierte Öffnungsfehler eines sphäri-

<sup>1</sup> RUSKA, E.: Z. Phys. Bd. 89 (1934) S. 124 (Abb. 16c).

<sup>2</sup> ARDENNE, M. v.: Zur Größe des Öffnungsfehlers beim Elektronenmikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 10 S. 289.

<sup>3</sup> REBSCH, R.: Das theoretische Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskops. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 31 (1938) Heft 6 S. 551.

schen Hohlspiegels der Lichtoptik als Funktion des Öffnungsverhältnisses für den achsenparallelen Einfall des Lichtbündels auf Grund einer Arbeit von SONNEFELD<sup>1</sup> angegeben. Man erkennt, daß die Kurven des Spiegels innerhalb des Bereiches zwischen praktisch erzielten Öffnungsfehlerwerten magnetischer Polschuhlinsen und der theoretischen Grenzkurve verlaufen. Der hier durchgeführte Vergleich hat insofern besondere Berechtigung als in den meisten theoretischen Arbeiten die Potentialfelder zwischen Polschuhlinsen oder Elektroden in Achsennähe durch Kugelflächen angenähert werden.

Da sowohl bei dem magnetischen als auch bei dem elektrostatischen Mikroskopobjektiv für die Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskope nur schwer Brennweiten unter 1 mm erreicht werden können, darf gemäß den Öffnungsfehlerkurven das Öffnungsverhältnis nicht größer als 0,6 bis  $1,5 \cdot 10^{-2}$  gewählt werden ( $k=3$  bis 1), wenn als Ziel ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm angestrebt wird.

Die durch den Beugungsfehler und durch den Öffnungsfehler gegebenen Abhängigkeiten haben gegenläufigen Charakter. Es besteht somit eine Grenze für das Auflösungsvermögen, die durch Erhöhung der Anodenspannung in geringem Maße und sonst nur noch durch Verbesserung der optischen Güte des Elektronenobjektives herausgerückt werden kann<sup>2</sup>. Für eine

Anodenspannung von  $10^5$  V und die äußersten zur Zeit bestehenden elektronenoptischen Möglichkeiten ( $f=1$  mm,  $k=1,5$ ) liegt diese Grenze bei einem resultierenden Gesamtfehler von etwa  $6 \cdot 10^{-7}$  mm. Wie weit es gelingt, sich praktisch diesem Wert zu nähern, hängt von den in den folgenden Abschnitten besprochenen, bedeutsamen Fehlern ab.

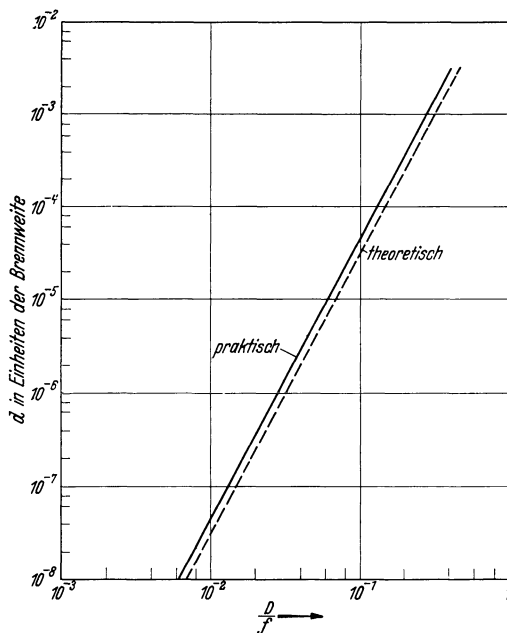


Abb. 37. Die Größe des Öffnungsfehlers eines sphärischen Hohlspiegels der Lichtoptik zum Vergleich mit dem Öffnungsfehler der Elektronenlinsen.

#### 4. Der chromatische Fehler.

Schwankungen der Elektronengeschwindigkeiten, das heißt der Elektronenwellenlänge, rufen in Elektronenmikroskopen zwei Arten von Abbildungsfehlern

<sup>1</sup> SONNEFELD, A.: Zum Wettstreit zwischen Reflektor und Refraktor in der Astronomie. Zeiß-Nachr. Bd. 2 (1938) Heft 8 S. 297.

<sup>2</sup> In einer neueren Arbeit [Das theoretisch erreichbare Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes. Z. Phys. Bd. 114 (1939) Heft 7/8 S. 427] bringt O. SCHERZER unter Voraussetzung der theoretischen Öffnungsfehlerabschätzung von REBSCH und parallel in das Objekt einfallender Strahlen folgende zusammenfassende Beziehung für das Grenzauflösungsvermögen, das sich aus dem Zusammenwirken von Beugung und Öffnungsfehler ergibt:

$$d_{\min} \approx \frac{\lambda}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt[4]{\frac{f}{\lambda}}$$

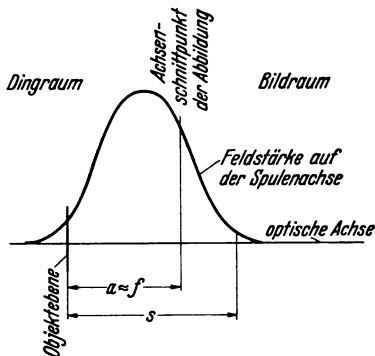
Hierzu wäre zugeordnet der Aperturblendendurchmesser

$$D \approx 2 \sqrt[4]{4 \lambda \cdot f^3}$$

hervor. Es ist zu unterscheiden zwischen dem einfachen chromatischen Fehler, der bei idealer Zentrierung des abbildenden Systemes allein besteht, und einem chromatischen Auslenkfehler, der nur bei mangelhafter Zentrierung der Aperturblende im Objektiv vorherrschend werden kann.

### a) Der einfache chromatische Fehler.

Der einfache chromatische Fehler läßt sich auffassen als mittlerer Durchmesser des Streuungskegels der Randstrahlen innerhalb der durch die Geschwindigkeitsschwankung verursachten Schnittweitendifferenz. Eine genaue Berechnung der Intensitätsverteilung im Fehlerscheibchen liefert zwar bei gleichmäßiger Beaufschlagung der Blendöffnung eine Halbwertsbreite, die um den Faktor 0,66 kleiner ist als der genannte Wert. Trotzdem soll im folgenden



Chromatische Brennweitendifferenz nach GLASER:

$$\Delta f \leq s \cdot \frac{\Delta U}{U}.$$

$$d = \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta f}{f} = \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta U}{U}$$

chromatischer Fehler für kurze Linse,

$$d' \leq \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta U}{U} \cdot \frac{s}{f} = \frac{s}{f} \cdot d$$

chromatischer Fehler für Linse endlicher Länge.

(Für kurzbrennweitige magnetische Objektivlinsen:  
 $s/f \approx 1,5$ .)

Abb. 38. Korrektur des chromatischen Fehlers für magnetische Linsen mit einer gegenüber der Dingweite nicht kurzen Feldausdehnung.

mit dem genannten mittleren Durchmesser des Streuungskegels gerechnet werden, da nach Rechnungen von W. GLASER<sup>1</sup> für kurzbrennweitige magnetische Linsen eine Korrektur eintritt, die den Fehler um den Faktor  $s/f$  vergrößert. Die Größe  $s$  bedeutet, wie Abb. 38 zeigt, den Abstand des Objektes von demjenigen Achsenpunkt des Bildraumes, wo das Feld praktisch abgeklungen ist. Der entstehende Korrektionsfaktor liegt in der Größenordnung 1,3 bis 1,5.

Der chromatische Fehler bei kurzbrennweitigen magnetischen Linsen ist aus der Darstellung Abb. 39 für die jeweiligen Betriebsbedingungen und magnetische Elektronenlinsen abzulesen. Im Falle elektrostatischer Linsen verlaufen die Kurven, da die Brennweiten sich dann nur mit  $\sqrt{U}$  ändern, etwa um einen Faktor 2 günstiger. In der Darstellung finden sich für vier Größenordnungen der Geschwindigkeitsunterschiede der Elektronen die Werte der kleinsten auflösbaren Strecke in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung angegeben. Als weiterer Parameter ist der wirksame Durchmesser des Objektivs zugrunde gelegt.

Geschwindigkeitsstreuungen und Geschwindigkeitsschwankungen der Elektronen können auf folgende Ursachen zurückgehen:

1. Schwankungen der Beschleunigungsspannung,
2. Streuung der Anfangsgeschwindigkeiten,
3. Geschwindigkeitsverteilung bei Elektronenstreuung im Objekt und in der Objektträgerfolie.

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 225.

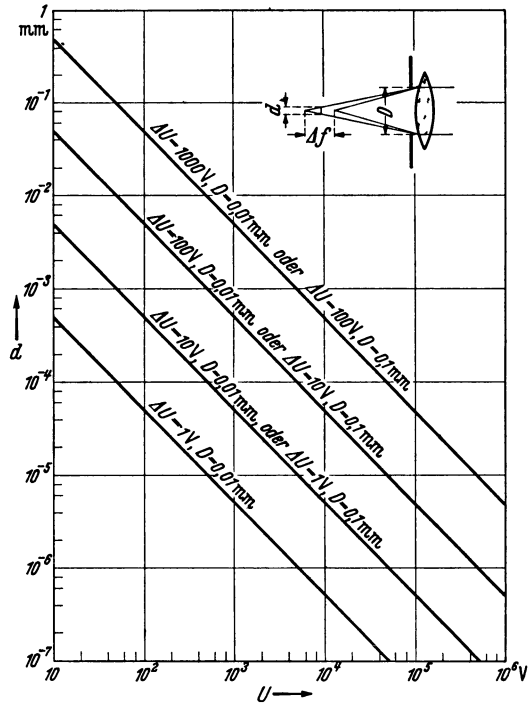
Solange kurze Belichtungszeiten vorliegen, können langsame *Schwankungen der Beschleunigungsspannung* dadurch unschädlich gehalten werden, daß unter gleichzeitiger Beobachtung eines Fluoreszenzschirmbildes jene Augenblicke herausgegriffen werden, bei denen zufällig gerade die der besten Schärfe entsprechenden Spannungswerte bestehen. Für Aufnahmen mit längeren Belichtungszeiten ist bei einem wirksamen Objektivdurchmesser von beispielsweise  $10^{-2}$  mm und einer Anodenspannung von  $10^5$  V zu fordern, daß sich die Spannung nicht um mehr als  $\pm 10$  V ändert, wenn wieder ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm als Ziel gesetzt wird. Die Konstanzhaltung einer Hochspannung auf  $2 \cdot 10^{-4}$  ihres Mittelwertes ist eine Aufgabe, zu deren Lösung die Entwicklung besonderer Regelverfahren notwendig ist. Über im Laboratorium des Verfassers entwickelte Verfahren zur Spannungsgleichhaltung, die die Forderungen der vorstehenden Aufgabe erfüllen, wird weiter unten berichtet werden. Nur bei absolut sprühsicherem Aufbau, durchschlagssicher arbeitendem Entladungssystem und großen Beruhigungskapazitäten ist eine Spannungskonstanz von dem erwähnten Wert erreichbar.

Einen analogen Einfluß wie Schwankungen der Beschleunigungsspannung haben bei magnetischen Objektiven Stromstärke-schwankungen der die Wicklung durchfließenden Ströme zur Folge. Da sich diese Schwankungen bei Betrieb aus hinreichend großen Akkumulatorenbatterien vermeiden lassen und da ihre Darstellung ähnlichen Charakter wie in Abb. 39 haben würde, braucht dieser Fehler-einfluß nicht gesondert behandelt zu werden.

Bei elektrostatischen Objektiven kann der durch Schwankungen der Betriebs-spannungen gegebene Anteil am chromatischen Fehler null oder jedenfalls sehr klein werden, wenn die Spannung für die Mittelelektrode stets einen konstanten Bruchteil der Hauptanodenspannung beträgt. Die Erfüllung dieser Bedingung ist allerdings im Hinblick auf die Schwankungserscheinungen nur möglich, wenn die Zeitkonstante des Linsenelektrodenabgriffes genau gleich der während des Betriebes bestehenden Zeitkonstante des Gesamtspannungsabgriffes bemessen wird.

Der Einfluß von Spannungsschwankungen verliert völlig an Bedeutung bei solchen schon im Abschnitt A II 3 besprochenen Linsen, wo die Mittelelektrode an Kathodenpotential gelegt werden kann.

Die *Streuung der Anfangsgeschwindigkeiten* der Elektronen hängt bekanntlich ab von der Art der Elektronenauslösung. Sie liegt in der Größenordnung von



$$d = \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta f}{f} = \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta U}{U}$$

$$\text{Tiefenschärfe} \approx \Delta f = \frac{2fd}{D}$$

$U$  = Beschleunigungsspannung.

Abb. 39. Die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch den chromatischen Fehler bei magnetischen Linsen.

1 V bei aus Wolfram thermisch abgelösten Elektronen und in der Größenordnung von 10 V bei Elektronen, die durch Elektronenstoß oder Ionenstoß ausgelöst werden, und kann bei elastisch reflektierten Elektronen (schon bei Vernachlässigung der sekundär emittierten Elektronen) noch wesentlich höhere Beträge annehmen. Hinsichtlich Auflösungsvermögen ist daher die Anwendung einer Glühkathode der Elektronenablösung aus einer Gasentladung überlegen. Aus dem gleichen Grunde liefert die Beobachtung von mit Elektronen homogener Geschwindigkeit durchstrahlten Objekten ein wesentlich höheres Auflösungsvermögen als die Beobachtung von mit Elektronen bestrahlten Oberflächen.

Auch bei dem Durchstrahlungsverfahren kann der chromatische Bildfehler großen Einfluß auf die Abbildungsgüte haben. Die unterschiedlichen Geschwindigkeitsverluste der Elektronen beim Durchtritt durch die Objektschicht und durch die Objektträgerschicht sind der Grund für die Bedeutung dieses Fehlers.

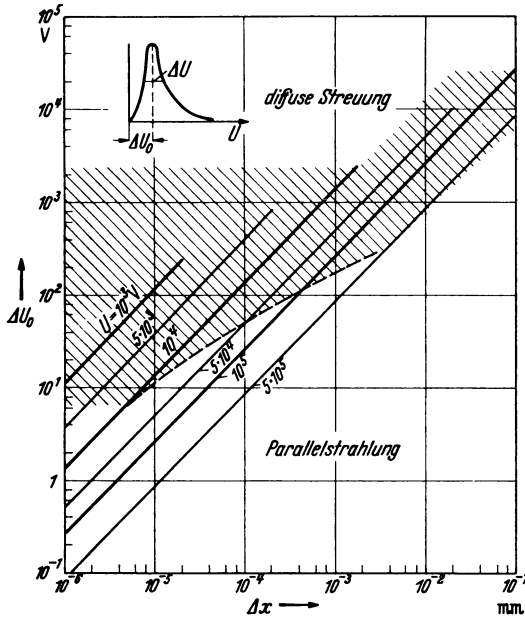


Abb. 40. Wahrscheinlichster Geschwindigkeitsverlust  $\Delta U_0$  in Abhängigkeit von der durchstrahlten Schichtdicke für verschiedene Voltgeschwindigkeiten der Elektronen und für Aluminium.

Über den Geschwindigkeitsverlust in Abhängigkeit von der durchstrahlten Schichtdicke und in Abhängigkeit von der primären Elektronengeschwindigkeit liegen ausführliche Untersuchungen<sup>1</sup> vor. Eine Darstellung hierzu, der eine Zusammenfassung verschiedener Autoren durch P. LENARD zugrunde liegt, ist in Abb. 40 wiedergegeben. Die für die Ermittlung des chromatischen Fehlers wichtige Größe der Halbwertsbreite der Geschwindigkeitsverteilungskurve kann praktisch angenähert dem wahrscheinlichsten Geschwindigkeitsverlust gleichgesetzt werden, wie aus der Darstellung Abb. 40 links oben und aus einer größeren Anzahl entsprechender Verteilungskurven hervorgeht. In der Abbildung ist dasjenige Gebiet der Kurvendarstellung schraffiert gezeichnet, in dem auf Grund der LENARDSCHEN Untersuchungen mit einer diffusen Streuung (Rückdiffusionsanteil mehr als 10%) gerechnet werden muß<sup>2</sup>. In diesem Bereich sind die wirklichen Werte der Geschwindigkeitsstreuung durch Multiplikation der geometrischen Schichtdicke mit dem Umwegfaktor abzulesen. Selbstverständlich erfolgt der Übergang zwischen den beiden Gebieten stetig, so daß die für die Übergangszone sich ergebenden Werte nur eine grobe Annäherung darstellen.

<sup>1</sup> Eine zusammenfassende Übersicht zu dieser Frage findet sich bei W. BOTHE: Durchgang von Elektronen durch Materie. Handbuch der Physik, Bd. 22, Teil 2. Berlin: Julius Springer 1933.

<sup>2</sup> Vgl. Abb. 71.

$$\Delta U_0 = \frac{2U}{\beta} \left( \frac{d\beta}{dx} \right) \Delta x \cdot \frac{1}{B}$$

$B$  = Umwegfaktor ( $\approx 1,8$  für Al),  
 $\Delta x$  = geometrische Schichtdicke,

Halbwertsbreite  $\Delta U \approx \Delta U_0$ ,

für beliebiges Material der Dichte  $\rho$ :

$$\frac{\Delta x}{\Delta x_{Al}} \approx \frac{\rho_{Al}}{\rho}$$

Untersuchungen ausreichender Genauigkeit, die Auskunft geben über die *Geschwindigkeitsverteilung* von Elektronen nach Durchdringung *absorbierender* Folien der Dicke  $10^{-5}$  bis  $10^{-3}$  mm in *Abhängigkeit von der Austrittsrichtung* liegen zur Zeit noch nicht vor. Eine Arbeit<sup>1</sup> läßt in Übereinstimmung mit einige Zeit vorher geäußerten Gedankengängen<sup>2</sup> erwarten, daß die die Objektfolie unabgelenkt durchsetzenden Elektronen, die bei Durchsicht-Hellfeldbeobachtung allein von der Objektöffnung erfaßt werden, eine merkbar geringere Geschwindigkeitsstreuung aufweisen als die seitlich gestreuten Elektronen. Doch besitzt diese Arbeit nicht die zur Klarstellung des vorliegenden Problems erforderliche extreme Meßgenauigkeit. Wichtig ist zu erwähnen, daß Widersprüche zwischen den Ergebnissen dieser Arbeit und denen einer älteren Arbeit<sup>3</sup> bestehen. In neuerer Zeit befaßt sich eine Arbeit von BOOCHS<sup>4</sup> mit den Ergebnissen von TRILLAT und HAUTOT. H. BOOCHS gelangt auf Grund von Messungen zu der Auffassung, daß die Ansicht der französischen Autoren nicht zutreffen kann, denn nach seinen Messungen findet sich auch bei in der Primärstrahlrichtung fliegenden Elektronen (50 kV,  $8 \cdot 10^{-4}$  mm Al.) nahezu der gleiche Geschwindigkeitsverlust wie bei Elektronen, die die Absorptionsfolie in einer um  $2,5^\circ$  geneigten Richtung verlassen. Nach neueren Beobachtungen ist anzunehmen, daß bei Objekten mit Foliencharakter die unabgelenkten Elektronen eine kleinere Geschwindigkeitsstreuung aufweisen, als die seitlich abgelenkten Elektronen und daß erst bei Objekten größerer Massendicke (Vielfachstreuung der Elektronen) die Richtungsabhängigkeit der Geschwindigkeitsstreuung verschwindet. Da die Geschwindigkeitsstreuung überragenden Einfluß auf die Größe des chromatischen Fehlers und des Gesamtfehlers erst bei Objekten größerer Massendicke gewinnt, erscheint die Vernachlässigung der Richtungsabhängigkeit bei der Abschätzung des chromatischen Fehlers hinreichend gerechtfertigt.

Unter Zugrundelegung der Darstellung Abb. 40 folgt somit, daß beispielsweise bei  $10^5$  V Anodenspannung und einer Objekt- oder Mikrotomschnitt-dicke von  $10^{-3}$  mm (spezifisches Gewicht 1) die wirksame Geschwindigkeitsstreuung etwa in der Größenordnung 80 V liegt. Bei der Untersuchung  $10^{-3}$  mm starker Objektschichten, das heißt insbesondere bei der Untersuchung organischer Objektschnitte bleibt das praktisch erzielbare Auflösungsvermögen also unterhalb jener Grenzleistung, die das Elektronenmikroskop bei der Untersuchung von Objekten mit Silhouettencharakter (z. B. Diatomeen) oder bei der Untersuchung von Objekten der Dicke des Auflösungsvermögens liefert. An dieser Stelle sei jedoch schon vorweggenommen, daß die Größe dieses Unterschiedes durch die unten vorgeschlagene Anpassung des chromatischen Fehlers an den Öffnungsfehler (Übergang zu kleineren Blenden!) wesentlich herabgesetzt werden kann. Abschätzungen über die ohne und mit Fehlerangleichung zu erwartenden Zahlenwerte liefern die weiter unten wiedergegebenen Tabellen. Eine allgemeine Darstellung über den durch das Objekt allein verursachten Anteil am chromatischen Fehler als Funktion des Öffnungsverhältnisses liefert Abb. 41. Hier ist die *Größe* des unter den zitierten Annahmen gegebenen *Fehleranteils* nach dem Vorgehen von B. v. BORRIES und E. RUSKA<sup>5</sup> für verschiedene

<sup>1</sup> TRILLAT, J. J. u. A. HAUTOT: Über das Verhalten eines Bündels monokinischer Elektronen nach Durchdringung einer absorbierenden Folie. Ann. Phys., Lpz. Bd. 30 (1937) Heft 2 S. 165.

<sup>2</sup> BOERSCH, H.: Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop. Ann. Phys., Lpz. Bd. 26 (1936) Heft 7 S. 631.

<sup>3</sup> BECKER, A. u. E. KIPPAN: Die Streuung mittelschneller Kathodenstrahlen in Gasen. Ann. Phys., Lpz. Bd. 28 (1937) Heft 6 S. 465.

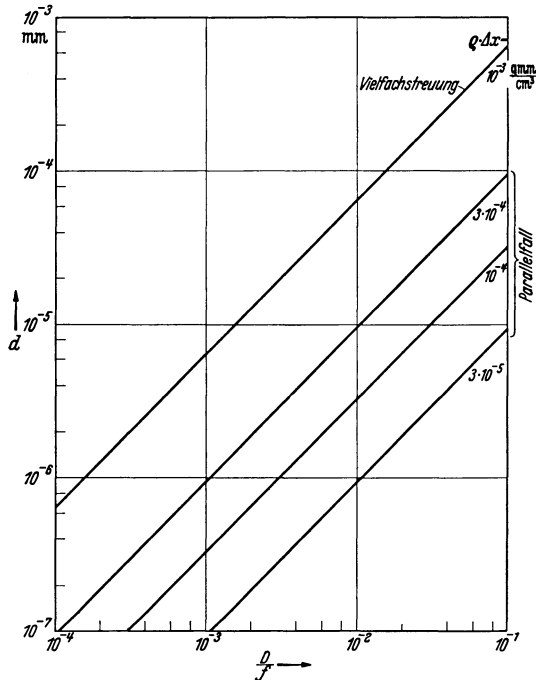
<sup>4</sup> BOOCHS, H.: Elektroneninterferenzen. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 12 S. 605.

<sup>5</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 225.



Massendicken des Objektes eingetragen. Die Zahlenwerte für die Massendicke entsprechen bei der Dichte 1 genau der Schichtdicke in Millimetern.

Die Zunahme des chromatischen Fehlers infolge der Geschwindigkeitsstreuung in der Objektschicht (und zugleich die Wirkung des weiter unten besprochenen 5. Fehlers) veranschaulicht auch die Gegenüberstellung der lichteoptischen und elektronenoptischen Bilder von Diatomeen und Epithelzellen in einer älteren Arbeit von KRAUSE<sup>1</sup>. Diese Gegenüberstellungen zeigen, daß bei dem Diatomeenbild das Auflösungsvermögen des Elektronenbildes größer war als das mit kurzwelligem UV-Licht hergestellte Bild, während die Bilder der Epithelzellen nicht die Schärfe der zum Vergleich herangezogenen mit sichtbarem Licht gewonnenen Bilder erreichen.



$$d = \frac{D}{2} \cdot \frac{\Delta f}{f} = \frac{1}{2} \frac{D}{f} \cdot \frac{\epsilon_0}{q} \cdot q \Delta x \cdot f \quad (\text{Parallelfall})$$

Annahmen:  $U = 60 \text{ kV}$ ,  $f = 3 \text{ mm}$ .

Abb. 41. Der chromatische Fehler eines magnetischen Objektives in Abhängigkeit von Massendicke und Öffnungsverhältnis.

die Darstellung Abb. 40 eine wirksame Schichtdicke von etwa  $5 \cdot 10^{-5}$ . Bei dieser Schichtdicke beträgt die Geschwindigkeitsstreuung für  $10^5 \text{ V}$  Elektronen etwa  $10 \text{ V}$  und ist daher für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6} \text{ mm}$  als hinreichend klein anzusehen.

#### b) Der chromatische Auslenkfehler bei mangelhafter Blendenzentrierung.

Das Zustandekommen des bei mangelhafter Zentrierung der Aperturblende im Objektiv entstehenden chromatischen Auslenkfehlers veranschaulicht Abb. 42. Dieser Fehler resultiert daraus, daß mit zunehmendem Abstand der wirksamen Objektivöffnung von der Objektivmitte immer stärkere Neigungsunterschiede

<sup>1</sup> Abb. 67 und 66 sowie 69 und 68 des Beitrages F. KRAUSE: Neuere Untersuchungen mit dem magnetischen Elektronenmikroskop. In der Vortragsammlung, Beiträge zur Elektronenoptik. Leipzig: Johann Ambrosius Barth 1937.

der einzelnen Schnittstrahlen gegen die optische Achse und damit immer stärkere strichförmige Fleckauswanderungen bei Brennweitenänderungen der Optik entstehen. Die Länge der Auslenkstrecke ist bei magnetischen Linsen unter Vernachlässigung der gleichzeitig durch Änderung der Bildfelddrehung entstehenden Komponenten gleich dem Produkt aus dem Achsenabstand der Aperturblende und dem Schwankungsverhältnis der Voltgeschwindigkeiten. Die tangentielle Komponente der Bildfelddrehung kann in diesem Zusammenhang unberücksichtigt bleiben, weil sie bei dem hier besprochenen Fehler nicht zu einer merklichen Vergrößerung der Fehleramplitude, sondern nur zu einer Krümmung des entstehenden Auslenkstriches führt.

Aus der Gleichung für diesen Fehler ist ersichtlich, daß er den einfachen chromatischen Fehler an Bedeutung übertrifft, sobald die *Dezentrierung der wirksamen Objektivöffnung größer als ihr Radius* wird. Die entscheidende Bedeutung hervorragender Zentrierung der reellen oder wirksamen Apertur-

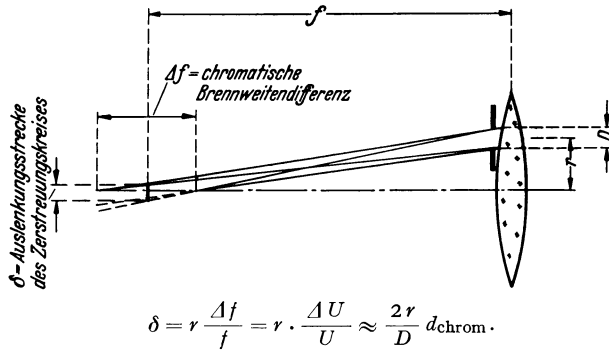


Abb. 42. Zusätzlicher chromatischer Fehler bei mangelhafter Blendenzentrierung.

blende in den Objektiven der Elektronenmikroskope folgt aus den vorstehenden Betrachtungen. Die Größe dieses Fehlers kann unter Berücksichtigung des Dezentrierfaktors  $2r/D$  zahlenmäßig aus der Darstellung über den einfachen chromatischen Fehler Abb. 39 entnommen werden; nur ist an Stelle des Zerstreuungskreisdurchmessers die Länge des Auslenkstriches getreten. Aus den Zahlenwerten folgt, daß für ein Schwankungsverhältnis der Voltgeschwindigkeiten von  $10^{-4}$  die Zentriergenauigkeit der abbildenden Objektivöffnung  $10^{-2}$  mm betragen muß, damit der chromatische Auslenkfehler den Wert  $10^{-6}$  mm nicht übersteigt. Im Falle elektrostatischer Linsen liegen die Kurven der Abb. 39 ebenso wie beim einfachen chromatischen Fehler um den Faktor 2 günstiger als bei magnetischen Linsen.

**c) Der chromatische Auslenkfehler bei mangelhafter Objektzentrierung.**

Ein weiterer chromatischer Auslenkungsfehler wird bei magnetischen Objektiven durch *Schwankung der Bildfelddrehung* bei Abbildung nicht auf der Achse befindlicher Objektpunkte verursacht. Die Theorie dieses Fehlers ist in Abb. 43 gebracht. Voraussetzung für die Einführung des Spulenstromes  $i$  in der angegebenen Form ist, daß das gesamte durch  $i$  bewirkte magnetische Feld von den zur Abbildung herangezogenen Elektronen durchquert wird. Die bei Schwankungen von  $U$  oder  $i$  entstehende tangentielle Auslenkung ist proportional dem Schwankungsverhältnis, dem Achsenabstand des abgebildeten Objektpunktes und dem mittleren Drehwinkel  $\psi$ . Der Winkel  $\psi$  hat bei den kurzen Brennweiten üblicher Objektive die Größenordnung 1,5, entsprechend einem Drehwinkel von  $90^\circ$ .

Unter der Voraussetzung des vorgenannten Winkelwertes und eines Schwankungsverhältnisses der Spannung von  $10^{-4}$  darf der Achsenabstand der abgebildeten Objektpunkte nicht größer als  $1,3 \cdot 10^{-2}$  mm werden, wenn wieder der Fehler die Größe  $10^{-6}$  mm nicht übersteigen soll. Praktisch läßt sich dieser von der Objektivapertur unabhängige Fehler dadurch klein halten, daß unter Zwischenbildbeobachtung bei geänderter Objektivbrennweite der Drehungs-

mittelpunkt festgestellt und über die Gesichtsfeldbohrung der Zwischenblende gelenkt wird. Durch diesen Fehler wird bei magnetischen Mikroskopen auch die Größe des maximal zulässigen Gesichtsfeldes begrenzt (ohne daß dies

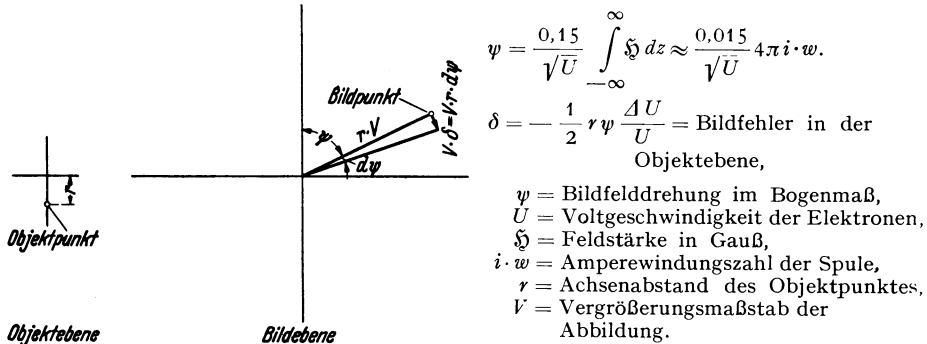
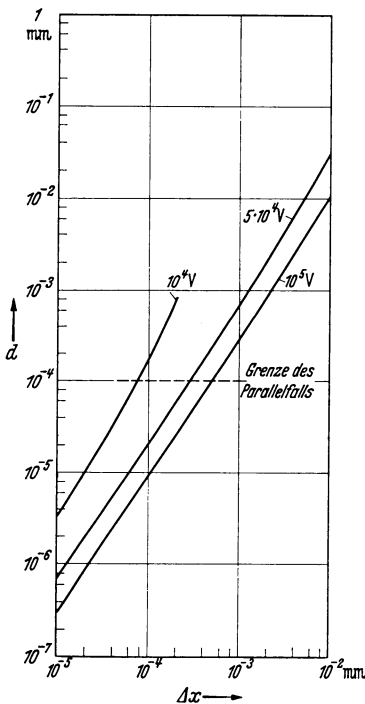


Abb. 43. Chromatischer Auslenkfehler durch schwankende Bildfeldrotation bei magnetischen Linsen und mangelhafter Objektzentrierung.

von praktischer Bedeutung ist!), denn es ist für die Größe dieses Feldes unwesentlich, ob der abgebildete Objektpunkt einen großen Achsenabstand besitzt, weil die zu beobachtende Objektzone schlecht gegenüber der optischen Achse zentriert ist oder weil das Gesichtsfeld große Ausdehnung hat.

### 5. Der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung.

Ein weiterer wichtiger Fehler ergibt sich durch die *räumliche Elektronenstreuung im Objekt* und in der Objektträgerfolie. Bei richtiger Anordnung des Objektes auf der dem Objektiv zugekehrten Seite der Folie kann der Fehler vernachlässigt werden, wenn solche Teile des Objektes scharf eingestellt werden, die sich unmittelbar an der dem Objektiv zugekehrten



$$d = 2 \Delta x \cdot \text{tg } \vartheta; \quad \vartheta = \frac{8}{U} \cdot \frac{U + 511}{U + 1022} \cdot Z \sqrt{\frac{\rho \cdot \Delta x}{A}}$$

$U$  in kV;  $\Delta x$  in  $10^{-3}$  mm,

$Z$  = Ordnungszahl;  $\rho$  = Dichte;  $A$  = Atomgewicht.

Annahmen:

Schichtmaterial Aluminium. Vielfachstreuung.  
 Anfangsstrahldurchmesser = 0 mm.

Abb. 44. Begrenzung des Auflösungsvermögens  $d$  bei Einschaltung von Schichten (überlagerte Objektschicht, Objektträger, LENARD-Fenster) in den Abbildungsstrahlengang durch Elektronenstreuung an den Atomkernen.

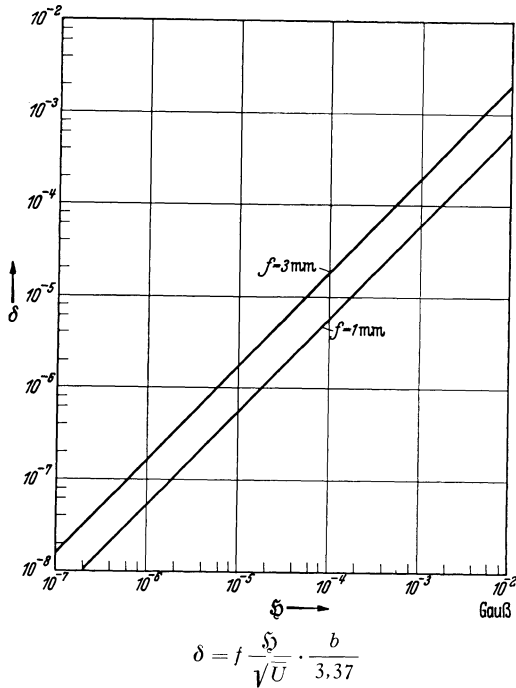
Oberfläche befinden. Dieser Fehler gewinnt jedoch überragende Bedeutung, wenn innere Objektschichten, z. B. das Innere von Zellkernen, Bakterien usw. untersucht werden sollen. Die Darstellung Abb. 44 vermittelt eine Abschätzung über die Größe dieses Fehlers. Sie wurde berechnet<sup>1</sup> für Aluminium, so daß bei der

<sup>1</sup> BOTHE, W.: Durchgang von Elektronen durch Materie. Handbuch der Physik, Bd. 22, Teil 2, S. 20. Berlin: Julius Springer 1933.

Untersuchung organischer Substanz ein entsprechend günstigerer Verlauf der Kurven zu erwarten ist. Welche Bedeutung dieser Fehler annehmen kann, folgt daraus, daß nach der Darstellung und den Beziehungen Abb. 44 beispielsweise ein Objektelement, das sich in der Mitte eines  $10^{-3}$  mm-Mikrotomschnittes einer homogenen organischen Substanz ( $Z = 6$ ,  $A = 12$ ,  $\rho = 1$ ) befindet, bei  $10^{-5}$  V Beschleunigungsspannung mit einem Auflösungsvermögen von nur etwa  $5 \cdot 10^{-5}$  mm betrachtet werden kann. Tatsächlich dürfte das Auflösungsvermögen unter den Voraussetzungen des vorstehenden Beispiels noch etwas größer sein, da die Darstellung unter der Annahme der Vielfachstreuung berechnet ist. Bei  $d$ -Werten unter etwa  $10^{-4}$  mm ist der Vorgang der Mehrfachstreuung bzw. der Einzelstreuung gegeben, für die die Theorie Intensitätsverteilungskurven der Streuung mit (gegenüber der Vielfachstreuung) stark herabgesetzter Halbwertsbreite liefert<sup>1</sup>. Den vorstehenden Zusammenhängen ist es zu danken, daß der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung bei organischen Objekten, üblichen Anodenspannungen und Objektelementtiefen bis zu  $6 \cdot 10^{-5}$  mm für ein angestrebtes Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm vernachlässigt werden kann. Ein Vergleich dieses Fehlers mit dem durch Geschwindigkeitsstreuung der Elektronen in der Objektschicht verursachten chromatischen Abbildungsfehler wird weiter unten (Kapitel D I) durchgeführt werden. Bei der Untersuchung von Objekten größerer Massendicke läßt sich dieser Fehler nur durch starke Erhöhung der Beschleunigungsspannung (z. B. auf 300 kV bei der im Abschnitt J II erwähnten letzten Mikroskopentwicklung des Verfassers) hinreichend klein halten.

### 6. Der Fehler durch magnetische Störfelder.

Schwankende Magnetfelder am Ort des Elektronenstrahlenganges führen zu Bildunschärfen, die ebenso wie die chromatischen Auslenkfehler als Unschärfe nicht einen Zerstreuungskreis, sondern eine *Zerstreuungslinie* bedingen. Richtung und Länge dieser Linie werden durch die Vektorkomponente des störenden Magnetfeldes senkrecht zur Achse bestimmt. Bei gleicher Störfeldstärke im Raum des Strahlenganges ergibt sich die Darstellung Abb. 45, deren Annahmen günstigen Betriebsdaten entsprechen. Zu unterscheiden ist zwischen dem Störeinfluß auf der Bildseite und dem Störeinfluß auf der Objektseite. Trotz der stark verschiedenen Längen sind beide Einflüsse in ihrem absoluten Betrage gleich groß. Bei elektrostatischen Linsen und bei magnetischen Linsen ohne Bildfelddrehung



$\delta = f \frac{\delta_0}{\sqrt{U}} \cdot \frac{b}{3.37}$   
 $\delta$  = Störfeldfehler in mm,  
 $\delta_0$  = Feldstärkeschwankung in Gauß,  
 $f$  = Brennweite in mm,  
 $b$  = Bildweite in cm,  
 $U$  = Beschleunigungsspannung in V.  
 Annahmen:  $U = 10^5$  V,  $b = 50$  cm.

Abb. 45. Begrenzung des Auflösungsvermögens durch magnetische Störfelder.

<sup>1</sup> HENNEBERG, W.: Z. Phys. Bd. 83 (1933) S. 555.

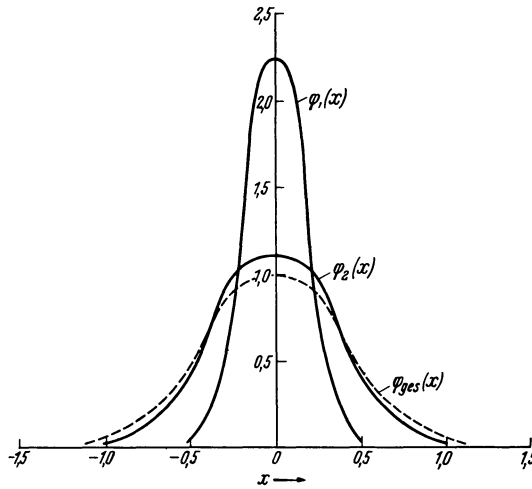
addieren sich beide Einflüsse, und es gelten die Werte der Darstellung. Bei Objektiven mit Bildfelddrehung nimmt der resultierende Vektor, je nach der Größe der Bildfelddrehung, ab und ist beispielsweise bei  $\pm 90^\circ$  Drehung um den Faktor 0,7 kleiner. Für  $50 \sim$  Streufelder liegen die Kurven um einen Faktor 2,8 höher, wenn die Feldstärkenangabe sich auf den Effektivwert bezieht.

Die Fehlerkurve für 1 mm Brennweite, die etwa der günstigsten in Betracht zu ziehenden Kurve entspricht, läßt erkennen, daß für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm die Schwankung der magnetischen Feldstärke im Raum des Elektronenstrahlenganges während der Belichtungszeit nicht größer als  $2 \cdot 10^{-5}$  Gauß sein darf.

Die praktische Erfüllung dieser Bedingung ist sehr schwierig, denn man muß, wie hier vorweggenommen werden soll, mit folgenden Feldstärkeschwankungen rechnen:

1. Die Streufelder selbst gut geschirmt und im Abstände von 15 bis 20 m aufgestellter 50-Perioden-Hochspannungsanlagen liegen in der Größenordnung von bereits  $10^{-5}$  Gauß.

2. Die Schwankung der magnetischen Feldstärke, mit der in Großstädten während Belichtungszeiten von einigen Minuten gerechnet werden kann, beträgt, wie entsprechende Messungen zeigten, etwa  $10^{-4}$  bis  $10^{-3}$  Gauß, je nach Lage der lokalen Störverhältnisse. Demgegenüber sind die normalen Schwankungen der erdmagnetischen Feldstärke meist noch zu vernachlässigen.



$$\text{Gesamtfehler } d_{\text{ges}} = \sqrt{d_{\text{Beug}}^2 + d_{\text{Rauml}}^2 + d_{\text{Öffn}}^2 + d_{\text{Chrom}}^2 + d_{\text{Streu}}^2 + \delta_{\text{Störf}}}$$

Ableitung:

Fehlerfunktion

$$\varphi_1(x) = \frac{h_1}{\sqrt{\pi}} e^{-h_1^2 x^2},$$

$$\varphi_2(x) = \frac{h_2}{\sqrt{\pi}} e^{-h_2^2 x^2},$$

$$\varphi_{\text{ges}}(x) = \int_{-\infty}^{\infty} \varphi_1(x+y) \varphi_2(y) dy = \frac{h}{\sqrt{\pi}} \cdot e^{-h^2 x^2}.$$

$$\left( h = \frac{h_1 h_2}{\sqrt{h_1^2 + h_2^2}} \right).$$

mittlerer Fehler  $\approx \frac{d}{2}$

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot h_1},$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{\sqrt{2} \cdot h_2},$$

$$\varepsilon_{\text{ges}} = \sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2},$$

Beispiel der Zusammenwirkung zweier Fehler, die im Verhältnis 1 : 2 stehen.

Abb. 46. Darstellung zur Fehlersumation.

Um die Störung durch die vorgenannten Felder auszuschalten, ist es notwendig, von vornherein bei der Aufstellung des Elektronenmikroskopes die Nachbarschaft störender elektrischer Anlagen zu vermeiden und durch weiter unten (Kapitel E I) besprochene *ein- oder mehrfache magnetische Abschirmungen* die Feldschwankung im Inneren der Entladungsstrecke auf Beträge der genannten Größenordnung abzuschwächen. Mit Rücksicht auf die lange Periode ( $> 1$  s) der Schwankungen sind ziemlich massive Abschirmhüllen aus hochpermeablen Materialien notwendig. Hervorragende Panzerungen aller empfindlichen Bereiche des Strahlenganges sind besonders in solchen Fällen erforderlich, wo die Belichtungszeiten auf Minuten oder Stunden ausgedehnt werden.

### 7. Der Gesamtfehler.

Die Zusammenwirkung der in den vorstehenden Abschnitten besprochenen Fehler ist aus der Darstellung Abb. 46 zu ersehen, der bekannte Beziehungen

Tabelle I. Annahmen für Durchstrahlungs-Hellfeldbetrieb.

$f$ Brennweite des magnetischen Objektivs . . . . .	2 mm	} Stark herabgesetzt bei den eingeklammerten Werten des Gesamtfehlers
$k$ Linsenfeldapertur-Faktor . . . . .	3	
$D$ Wirksame Objektivöffnung . . . . .	$10^{-2}$ mm	} Tabelle II
$D/f$ Öffnungsverhältnis . . . . .	$5 \cdot 10^{-3}$	
$\Delta U/U$ Schwankungsverhältnis . . . . .	$10^{-4}$	} Tabelle III
$\Delta x_1$ Dünnsche Objektivträgerfolie (spez. Gew. 1,6)	$10^{-5}$ mm	
$\Delta x_2$ Dicke des Objektelements . . . . .	$10^{-5}$ mm	
$\Delta x_3$ Dünnsche Objektschnitt (spez. Gew. 1) . . . . .	$5 \cdot 10^{-4}$ mm	

Abgebildete Objektschicht stets nahe der dem Objektiv zugewandten Oberfläche.

Tabelle II. Beobachtung extrem dünner Objektschicht.

Eigenschaften	$U=10^4$ mm	$5 \cdot 10^4$ mm	$10^5$ V mm
Beugungsfehler . . . . .	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Raumladungsfehler . . . . .	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Öffnungsfehler . . . . .	$10^{-6}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$
Chromatischer Fehler . . . . .	$10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-7}^1$	$5 \cdot 10^{-7}$
Chromatischer Auslenkfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Störfeldfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Auflösungsvermögen . . . . .	$d=10^{-5}$	$1,6 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$
Auflösungsvermögen mit günstigster Objektivöffnung . . . . .	$(d=5 \cdot 10^{-6})$		

Tabelle III. Beobachtung eines dünnen Objektschnittes.

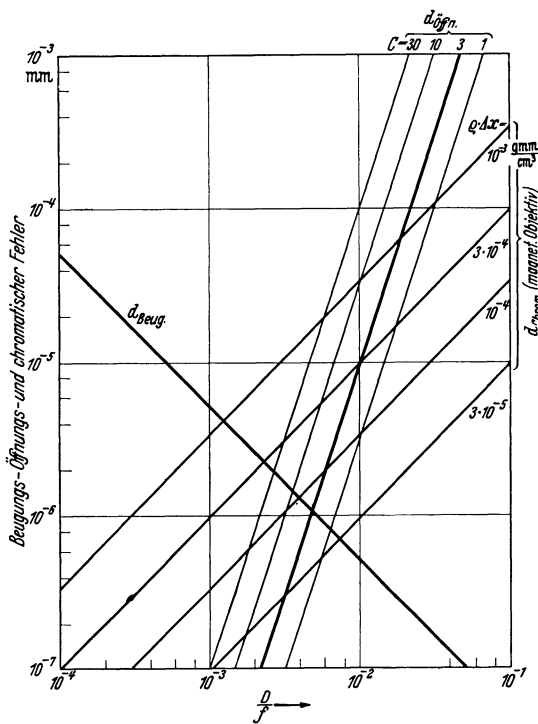
Eigenschaften	$U=10^4$ mm	$5 \cdot 10^4$ mm	$10^5$ V mm
Beugungsfehler . . . . .	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Raumladungsfehler . . . . .	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Öffnungsfehler . . . . .	$10^{-6}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$
Chromatischer Fehler . . . . .	$2 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$2,5 \cdot 10^{-6}$
Chromatischer Auslenkfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Störfeldfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Auflösungsvermögen . . . . .	$d=2 \cdot 10^{-4}^2$	$1,5 \cdot 10^{-5}$	$2,8 \cdot 10^{-6}$
Auflösungsvermögen mit günstigster Objektivöffnung . . . . .	$(d=2,5 \cdot 10^{-5})^2$	$(4 \cdot 10^{-6})$	$(1,3 \cdot 10^{-6})$

<sup>1</sup> Unter Berücksichtigung der unter diesen Verhältnissen bestehenden Richtungsabhängigkeit der Geschwindigkeitsstreuung dürfte hier der chromatische Fehler auf den durch das  $\Delta U/U$ -Verhältnis bedingten Wert  $5 \cdot 10^{-7}$  mm zurückgehen.

<sup>2</sup> Zu lange Belichtungszeiten! Zu kleine Kontraste!

der Fehlertheorie zugrunde liegen. Einen Überblick über die Größenordnungen der Einzelfehler und des Gesamtfehlers unter Zugrundelegung der in der Tabelle I zusammengestellten Annahmen, vermitteln die Tabellen II und III. Lediglich die durch mangelhafte Zentrierung bedingten chromatischen Auslenkfehler und der magnetische Störfeldfehler sind in diesen Zusammenstellungen unberücksichtigt geblieben, da ihre Größe zu sehr von den jeweiligen Verhältnissen und Einstellungen und von der konstruktiven Ausführung der Mikroskopanlage abhängt.

Die Zusammenstellungen Tabelle II und III über die Einzelfehler und den Gesamtfehler gründen sich auf der Annahme eines bestimmten angegebenen Öffnungs-



Annahmen:  $U = 60 \text{ kV}$ ,  $f = 3 \text{ mm}$ .

Abb. 47. Das Zusammenwirken von Beugungs-, Öffnungs- und chromatischem Fehler.

verhältnisses. Um ein größtes Auflösungsvermögen zu verwirklichen empfiehlt es sich, jeweils die *Objektivöffnung* so zu variieren, daß der *überwiegende Einzelfehler an den Beugungsfehler mit gegenläufigem Charakter angepaßt*<sup>1</sup> wird. Durch die Wahl einer günstigsten Blende kann bei vier von sechs Beispielen der vorstehenden Tabellen das Auflösungsvermögen erheblich verbessert werden. Die Abnahme des Gesamtfehlers bei der vorgeschlagenen Fehlerangleichung geht aus den in den Tabellen eingeklammert wiedergegebenen Zahlenwerten hervor. Zur Auffindung des günstigsten Öffnungsverhältnisses bzw. der günstigsten Objektivblende und zur Abschätzung der Grenzleistung empfiehlt es sich, die *überwiegenden Fehler* für die jeweils experimentell gegebenen Daten *als Funktion des Öffnungsverhältnisses in eine einzige Darstellung einzutragen*.

Eine solche zusammenfassende

Darstellung ist in Abb. 47 für die genannten Parameter, für verschiedene Konstanten  $C$  im Öffnungsfehlergesetz und für verschiedene Massendicken des Objektes gebracht. Die Anwendung der für das Auflösungsvermögen günstigsten Objektivblende führt, insbesondere bei sehr starkem Vorherrschen des chromatischen Fehlers zu starken, die Belichtungszeit entsprechend heraufsetzenden Stromverlusten, weil gleichzeitig und zwangsläufig die räumliche Elektronenstreuung hinter dem Objekt so zunimmt, daß nur ein sehr kleiner Teil der Elektronenstrahlung durch die Objektivblende hindurch gelangt. Die Größe dieser Stromverluste folgt aus der im nächsten Abschnitt behandelten Theorie der Kontraststeuerung beim Elektronenmikroskop.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Bemerkungen zur Größe des chromatischen Fehlers beim Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 113 (1939) Heft 3/4 S. 257.

### 8. Die Grenzen für die Kontraststeuerung.

Damit das Auflösungsvermögen praktisch ausgenutzt werden kann, ist zu verlangen, daß Objektelemente von dem Durchmesser des Auflösungsvermögens im Bilde einen *erkennbaren Kontrast* liefern. Die Änderung des Stromanteils, der durch die Öffnung des Mikroskopobjektivs für die Abbildung nutzbar wird, durch ein Objektelement dieser Größe, muß, damit ein Schwärzungsunterschied später erkennbar wird, in der Größenordnung von etwa 10% liegen.

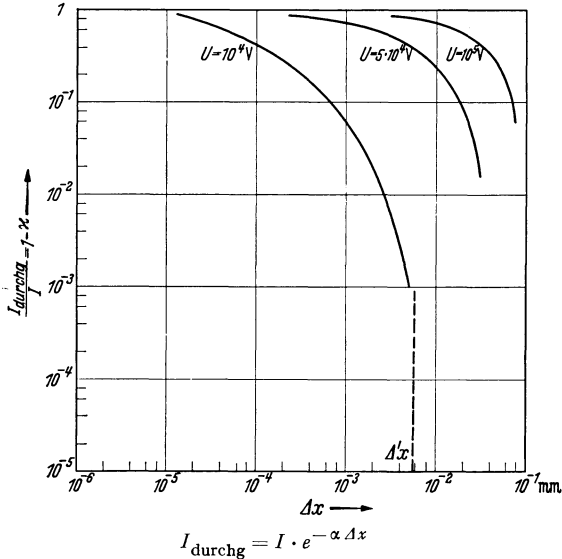
Die Stromänderung wird durch zwei im gleichen Sinne wirkende und einander überlagerte Vorgänge verursacht:

1. Durch unterschiedliche Absorption im Objektelement.
2. Durch Unterschiede der räumlichen Streuung im Objektelement in Verbindung mit der nachträglichen Ausblendung durch die Öffnung des Objektivs bzw. in Verbindung mit Bevorzugung des mittleren Streukegels für die Abbildung bei schwacher Streuung.

Quantitative Unterlagen über den durchgelassenen Anteil als Funktion der Objektelement- bzw. Objektschichtdicke vermittelt die Darstellung Abb. 48 für drei Anodenspannungswerte. Wie die Abbildung erkennen läßt, findet bei den normalen Anodenspannungen der Elektronenmikroskope und den mit Rücksicht auf das Auflösungsvermögen nur in Frage kommenden relativ dünnen Objektschichten eine merkliche *Stromschwächung durch Elektronenabsorption* in der Objektschicht

noch nicht statt. Fast stets liegt der Stromabsorptionsfaktor der Objektschicht unterhalb von 10%, so daß die Strommodulation durch unterschiedliche Absorption am Objektelement praktisch bei der Erzeugung der Kontraste im Bild keine wichtige Rolle spielt. Wenn die Kurven und Beziehungen trotzdem hier ausführlich wiedergegeben sind, so ist das deswegen geschehen, weil die Kenntnis der Größe der Elektronenabsorption in einer Objektschicht entscheidend ist für den weiter unten besprochenen Wert der absoluten bzw. spezifischen Objektbelastung. Der Absorptionsfaktor der Objektschicht kann aus den Kurven oder Beziehungen dieser Abbildung unmittelbar entnommen werden.

Eine Berechnung<sup>1</sup> über die *Stromänderung durch die räumliche Elektronenstreuung*, das heißt über den zweiten der oben erwähnten beiden Modulationsvorgänge gibt die Darstellung Abb. 49 für die drei angegebenen Objektivaperturen und



$I_{\text{durchg}} = I \cdot e^{-\alpha \Delta x}$   
 $\alpha$  = Absorptionskoeffizient (LENARD) in  $\text{mm}^{-1}$ ,  
 $\kappa$  = Absorptionsfaktor der Objektschicht,  
 $\Delta x$  = Schichtdicke in mm,  
 $\Delta'x$  = Grenzdicke (LENARD).

Für beliebiges Material der Dichte  $\rho$  gilt:

$$\frac{\alpha}{\rho} = \frac{\alpha_{\text{Al}}}{\rho_{\text{Al}}} = \text{konst.}, \quad \frac{\Delta x}{\Delta x_{\text{Al}}} = \frac{\rho_{\text{Al}}}{\rho}$$

Abb. 48. Intensitätsmodulation durch Absorption als Funktion der Objektschichtdicke  $\Delta x$  (Objektelement nicht gefärbt, Material Aluminium).

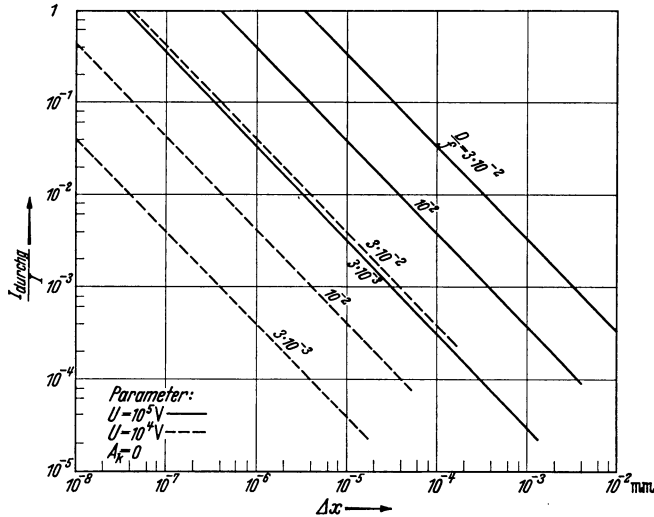
<sup>1</sup> Analoge Kurven lassen sich auf Grund der angegebenen Beziehungen für *Dichtenunterschiede* zwischen Objektelement und Objektschicht berechnen.



zwei Anodenspannungswerte. Die Berechnung erfolgte für reelle Objektivblenden und unter Annahme der Vielfachstreuung auch für kleine Dicken. Zwar ist bei kleinen Dicken der Vorgang der Einzelstreuung maßgebend, der sich für kleine Streuwinkel angenähert durch folgende Formel erfassen läßt:

$$\frac{\Delta n}{n} \approx 1 - \left[ 2\pi N \cdot \left( \frac{Z \cdot e^2}{m \cdot v^2} \right)^2 \cdot \Delta x \left( \frac{2}{\vartheta_0^2} - \frac{1}{2} \right) \right].$$

Hierin bedeutet  $\frac{\Delta n}{n}$  den Anteil der in den Raumwinkel mit dem Achsenwinkel  $\vartheta_0$  fallenden Elektronen und  $N = \frac{L \cdot \rho}{A}$  die Zahl der Atome im  $\text{cm}^3$  ( $L = \text{LOSCHMIDTSche Zahl}$ ). Es ist zu setzen:  $\vartheta_0 = \frac{D}{2f}$ . Die numerische Ausrechnung



$$\frac{I_{\text{durchg}}}{I} = \frac{1}{2} \frac{\sin^2 \frac{\alpha}{2}}{\sin^2 \frac{\vartheta}{2}} \approx \frac{1}{2} \left( \frac{D}{2f\vartheta} \right)^2; \quad \vartheta = \frac{8}{U} \cdot \frac{U+511}{U+1022} \cdot Z \cdot \sqrt{\frac{\rho \cdot \Delta x}{A}}; \quad (\vartheta \geq \alpha).$$

$\Delta x = \text{Schichtdicke in } 10^{-3} \text{ mm}$ ,  $Z = \text{Ordnungszahl}$ ,  $\rho = \text{Dichte}$ ,  
 $U = \text{Beschleunigungsspannung in kV}$ ,  $A = \text{Atomgewicht}$ .

Abb. 49. Intensitätsmodulation durch räumliche Elektronenstreuung als Funktion der Objektschichtdicke  $\Delta x$  (Objektelement nicht gefärbt, Material Aluminium).

ergibt, daß die Werte für das Intensitätsverhältnis nur wenig (1,5 bis 2mal) größer sind, als die der Vielfachstreuung, so daß in dem vorliegenden Falle die Kurven der Vielfachstreuung auch für kleine Dicken als ungefähr zutreffend angesehen werden können.

Der Darstellung Abb. 49 liegt weiter die zur Vereinfachung der Rechnung getroffene Annahme eines scharf begrenzten Streukegels (des Kegels der wahrscheinlichsten Streuung) zugrunde. In Wirklichkeit regelt sich wie schon früher (Abschnitt B II 5) erwähnt, die Intensitätsverteilung der gestreuten Elektronenstrahlung nach einer Kurve, die je nach der durchstrahlten Massendicke zwischen der GAUSSSchen Fehlerkurve (Vielfachstreuung) und einer Kurve mit kleinerer Halbwertsbreite liegt. Im Falle der GAUSSSchen Kurve ist der Kegel der wahrscheinlichsten Streuung etwas kleiner (0,85) als der Kegel der halben Intensität. Berücksichtigen wir die wahre Intensitätsverteilung, so ergibt sich für die Darstellung Abb. 49 ein *stetiges* Einmünden der Kurven in den Maximalwert 1.

Die Kurven beziehen sich wieder auf Aluminium als Material, so daß bei der Untersuchung organischer Objektschichten eine Umrechnung notwendig ist, durch die sich um den Faktor 6 größere Werte ergeben. Für  $10^5$  V-Anodenspannungen und ein Öffnungsverhältnis des Objektivs von  $10^{-2}$  ist beispielsweise zu erwarten, daß die Stromschwächung und damit die Strommodulation einsetzt, sobald die durchstrahlte Schichtdicke  $10^{-6}$  mm Al übersteigt. Bei  $10^{-4}$  mm Al (entsprechend einer organischen Objektschicht von etwa  $6 \cdot 10^{-4}$  mm) ist der die Blende durchsetzende Stromanteil bereits auf  $10^{-2}$  seines Anfangswertes heruntergegangen. Zur *Untersuchung von Einzelheiten im Innern* nicht extrem dünner Objektschichten sind, wie dieses Beispiel zeigt, *um mehrere Größenordnungen längere Belichtungszeiten* notwendig als bei der Beobachtung extrem dünner Objekte.

Ein Vergleich der beiden Abbildungen über die zwei Modulationsarten bestätigt, daß die Strommodulation durch Streuung in den mit Rücksicht auf den chromatischen Fehler zulässigen Arbeitsgebieten weit die Strommodulation durch Absorption überwiegt.

Bei einem Objektelement gleicher Dichte betragen die *kleinsten*, mit ausreichendem Kontrast (1:1,1) *erkennbaren Dickenunterschiede etwa 10% der Objektdicke*. Hieraus folgt die große Bedeutung der *Färbung durch Metallsalze hoher Dichte* bei der Untersuchung von Objektschnitten. Bei dem in praktischen Fällen fast stets gegebenen Vorhandensein von Dichteunterschieden, insbesondere durch Färbung verstärkten Dichteunterschieden, nimmt das unterscheidbare Dickenverhältnis um den Faktor

$$\frac{\frac{\rho}{A} \cdot Z^2}{\frac{\rho_{Al}}{A_{Al}} \cdot Z_{Al}^2}$$

ab.

Der in den vorstehenden Zeilen besprochenen Art der Kontraststeuerung ist nach v. BORRIES und E. RUSKA<sup>1</sup> eine zweite Modulationsart überlagert, die bei sehr kleinen Massendicken der Objekte, hohen Spannungen und großen reellen Objektivaperturen vorherrschend werden kann. Die genannten Autoren haben experimentell beobachtet, daß auch dann noch eine kräftige Kontraststeuerung stattfindet, wenn der mittlere Kegel der Streuung einen kleineren Öffnungswinkel hat als das Objektiv. Die Erklärung für diese Beobachtung ergibt sich nach v. BORRIES und E. RUSKA daraus, daß mit zunehmender Massendicke ein immer kleiner werdender Strahlungsanteil die scharf abbildende Objektivmitte durchsetzt und ein immer größer werdender Anteil bis in die Randzonen der freien Öffnung des Objektivs gelangt und dann infolge der wesentlich größeren Abbildungsfehler wenig zur Kontraststeigerung beiträgt. Diese eigenartige Kontrasterzeugung bedingt in mit relativ großen reellen Blenden erzielten Bildern beispielsweise  $2 \cdot 10^{-5}$  mm breite Säume an Konturen<sup>2</sup>, die zeigen, daß die seitlich weggestreuten Elektronen einen recht nachteiligen Einfluß auf die Abbildungsgüte haben. Daher ist das Arbeiten mit reellen Blenden entsprechender Kleinheit, das allerdings höhere experimentelle Schwierigkeiten mit sich bringt, vorteilhafter.

Bei dünnsten Objektschichten ist das Elektronenmikroskop, wie die vorstehenden Untersuchungen und praktische Ergebnisse übereinstimmend zeigen, in der Lage, ein Auflösungsvermögen bei ausreichendem Kontrast zu vermitteln, das um etwa zwei Größenordnungen höher liegt als das Auflösungsvermögen des

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Über die Bildentstehung im Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 11 S. 402.

<sup>2</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Eigenschaften der übermikroskopischen Abbildung. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 281.

mit Lichtwellen bzw. UV-Wellen arbeitenden optischen Mikroskopes. Auch bei der Untersuchung dickerer Objektschichten, wo durch die räumliche Elektronenstreuung und Geschwindigkeitsstreuung engere Grenzen gezogen sind, bleibt noch eine erhebliche Mehrleistung gegenüber den Lichtmikroskopen bestehen.

## 9. Intensitätsfragen und Auflösungsvermögen<sup>1</sup>.

In den vorstehenden Abschnitten hat der Verfasser die Grenzen für das Auflösungsvermögen und für die Kontrasterkennbarkeit bei Elektronenmikroskopen untersucht. Dabei blieben Intensitätsfragen zunächst unberücksichtigt. Es wurde zur Vereinfachung des Problems angenommen, daß stets solche Belichtungszeiten zu verwirklichen sind, die bei den jeweils vorliegenden Intensitätsverhältnissen eine ausreichende Schwärzung im Bilde sichern. Jedoch finden sich in den vorausgegangenen Kapiteln bereits verschiedene, wichtige Fälle besprochen, wo mit starker Verlängerung der Belichtungszeiten zugunsten einer Steigerung des Auflösungsvermögens bei Untersuchung dicker Objektschichten oder einer einfacheren Betriebsweise (Arbeiten mit besonders kleinen reellen bzw. wirksamen Objektivaperturen) oder zugunsten besserer Teilchenerkennbarkeit (Arbeiten im Dunkelfeld) zu rechnen ist. Um die *Größe* der für ein solches Vorgehen zur Verfügung stehenden *Intensitätsreserven* klarzustellen und um darüber hinaus ganz allgemein eine *Abschätzung der Belichtungszeiten* unter den verschiedenen Arbeitsbedingungen zu ermöglichen, soll im folgenden eine quantitative Darstellung der Intensitätsverhältnisse beim Elektronenmikroskop gegeben werden. Gleichzeitig wird durch diese Untersuchung der Zusammenhang zwischen erreichbarem Auflösungsvermögen und visueller Beobachtbarkeit mit verschiedenen fluoreszenzoptischen Systemen zahlenmäßig abgeschätzt.

### a) Die Stromdichte des Endbildes.

Maßgebend für die Belichtungszeit bei photographischer Registrierung und für die Flächenhelle des Leuchtschirmes bei visueller Beobachtung ist bei gegebener Elektronengeschwindigkeit die *Stromdichte des Endbildes*. Die für diese Stromdichte geltende Beziehung, die aus der Theorie der Elektronenstrahlröhre hergeleitet ist, findet sich in Abb. 50 angegeben und durch eine schematische Darstellung erläutert. Wie aus der Endformel ersichtlich ist, hängt die Stromdichte im Endbilde von der spezifischen Emission der Kathode, von dem (wirksamen) Aperturwert des Objektivs und von der eingestellten Gesamtvergrößerung ab. Hierbei ist vorausgesetzt, daß der kleinste Querschnitt des Strahlerzeugungssystems auf dem Objekt abgebildet wird. Bei jeder anderen Einstellung der Brechkraft des Kondensors ergeben sich mehr oder weniger ungünstigere Intensitätsverhältnisse. Bei kurzbrennweitigen Objektiven befindet sich das Objekt in der Regel in Gebieten, wo das Objektivfeld noch nicht vollständig abgeklungen ist. In diesem Fall muß der auf der Kondensorseite liegende Feldanteil zur Kondensoroptik gerechnet werden. Liegt ein bestimmter Bruchteil  $p$  der gesamten Brechkraft des Objektivs auf der Kondensorseite, so verändert sich die Kondensorapertur auf den Betrag<sup>2</sup>

$$A'_1 = \frac{1 - p \left(1 - \frac{a_1}{b_1}\right)}{1 - 2p} \cdot A_1.$$

<sup>1</sup> ARDENNE, M. V.: Intensitätsfragen und Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes. Z. Phys. Bd. 112 (1939) Heft 11/12 S. 744.

<sup>2</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 225.

Bei magnetischen Linsen führt dieser Einfluß zu einer für die Intensitätsverhältnisse ungünstigen Vergrößerung der wirksamen Kondensorapertur. Bei elektrostatischen Linsen tritt im Gegensatz hierzu wegen der negativen Vorlinse eine Verkleinerung der Kondensorapertur ein. Um diesen Einfluß auszuschalten, ist man genötigt, die Objekte außerhalb der brechbaren Bereiche des Objektivs anzubringen. In diesem Zusammenhang sei darauf hingewiesen, daß eine Abschwächung dieses Einflusses bei magnetischen Linsen durch Objektträger aus Eisen und bei elektrischen Linsen durch Objektträger aus beliebigen Metallen (beide mit kleinen Bohrungen) bewirkt werden kann. Selbstverständlich sind die Objektträger so auszubilden, daß durch sie die Abbildungseigenschaften des Objektivfeldes nicht kritisch gestört werden.

Um eine möglichst hohe Stromdichte im Endbild zu erhalten, ist es notwendig, mit der *kleinsten erlaubten Vergrößerung* zu arbeiten. Die letztere, die *günstigste Vergrößerung des Elektronenmikroskopes*, ist ein wenig größer als der Wert

$$V = \frac{d_r}{d},$$

wobei  $d_r$  das Auflösungsvermögen der registrierenden photographischen Schicht bzw. des Fluoreszenzschirmes bedeutet und  $d$  das Auflösungsvermögen des Mikroskopes.

$$j_3 = \left(\frac{A_2}{A_0}\right)^2 \cdot \frac{1}{V^2} \cdot j_0.$$

- $A_0$  = Apertur der Elektronenquelle,
- $j_0$  = Stromdichte der Kathode,
- $A_1$  = bildseitige Apertur der Kondensorlinse,
- $A_2$  = gegenstandseitige Apertur der Objektivlinse,
- $j_1 = (A_1/A_0)^2 \cdot j_0$  = Stromdichte in der Objektebene,
- $j_3$  = Stromdichte in der Endbildebene,
- $V = \frac{b_2}{a_2} \cdot \frac{b_3}{a_3}$  = Gesamtvergrößerung.

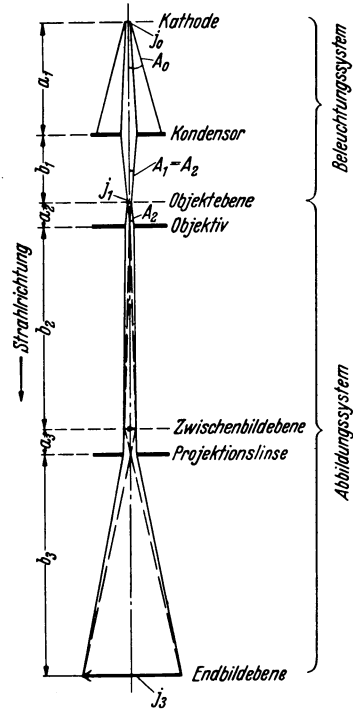
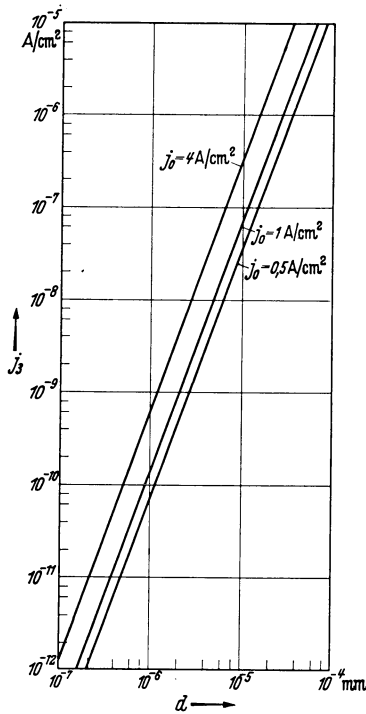


Abb. 50. Die für die Stromdichte des Endbildes maßgebenden Größen beim Elektronenmikroskop.

### b) Belichtungszeit und Auflösungsvermögen.

Durch Einsetzen der in dem Abschnitt B II 3 gebrachten Formel für den Öffnungsfehler in die Beziehung für die Stromdichte gelangt man im Fall magnetischer Linsen und unter den angegebenen Annahmen zu der zusammenfassenden Abschätzung Abb. 51<sup>1</sup>. Der Berechnung ist eine Auflösungsgrenze der photographischen Schicht von  $10^{-2}$  mm als Durchschnittswert zugrunde gelegt. Weitergehende Angaben über das Auflösungsvermögen einiger ausgewählter Photoschichten für Elektronen verschiedener Voltgeschwindigkeiten finden sich unten im Kapitel E II. Die Abbildung zeigt, daß unter Voraussetzung idealer Zentrierung von Abbildungssystem gegenüber Kondensor-system ohne streuende Objektträger- und Objektschicht (Streuapertur < Objektivapertur!) für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  mm Stromdichten bis zu  $10^{-7}$  A/cm<sup>2</sup> und für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm Stromdichten von

<sup>1</sup> Für andere Zahlenwerte von  $h$  ändert sich  $j_3$  in Abhängigkeit von  $d$  um den Faktor  $1/h^{4/3}$ .



etwa  $10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup> erreichbar sein dürften. Tatsächlich sind jedoch, da nicht allein der Öffnungsfehler das Auflösungsvermögen bestimmt und aus Gründen, die im folgenden Absatz aufgezählt sind, meist etwas kleinere Stromdichten gegeben. Eine Darstellung über den Zusammenhang zwischen Stromdichte, Schwärzung einer handelsüblichen Photoschicht und Belichtungszeit vermittelt die Abb. 52<sup>1</sup>, die auch für andere Schichtarten ungefähr zutrifft. Aus dieser geht hervor, daß bei den üblichen Voltgeschwindigkeiten des Elektronenmikroskopes der Stromdichte von  $10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup> eine Belichtungszeit von nur 0,1 s entspricht.

$$j_s = \left(\frac{A_2}{A_0}\right)^2 \cdot \frac{1}{V^2} \cdot j_0$$

Annahmen:  $A_n = \frac{1}{2} \left(\frac{d}{0,35 k^2 f}\right)^{1/3}$ ,

$k = f/D_p = 3, \quad f = 2 \text{ mm}, \quad A_0 = 2 \cdot 10^{-2}$ ,

$dV = 10^{-2} \text{ mm} = \text{Auflösungsgrenze der photographischen Schicht.}$

Abb. 51. Zusammenhang zwischen der Stromdichte  $j_s$  des Endbildes und der durch den Öffnungsfehler allein bedingten Grenze des Auflösungsvermögens für verschiedene spezifische Kathodenemissionen  $j_0$ .

Wenn in der Vergangenheit bei Bildern mit einem Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  mm und Silhouettencharakter die Belichtungszeiten oft einige Größenordnungen länger gewesen sind, als nach der Theorie zu erwarten wäre (1 s statt  $10^{-3}$  s), so lag dies daran, daß nicht die hier angegebenen günstigen elektronenoptischen Verhältnisse bestanden haben.

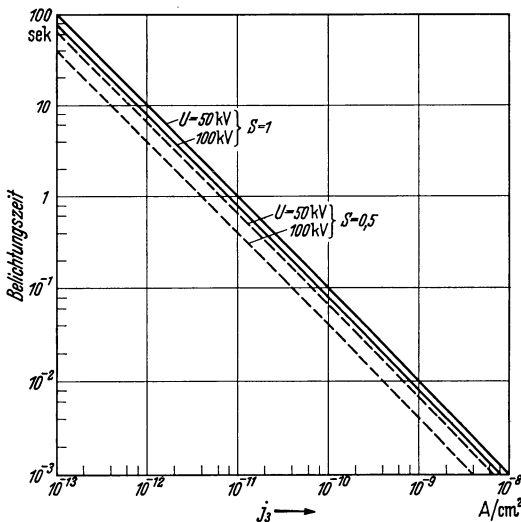


Abb. 52. Die Belichtungszeit bei photographischer Registrierung von Elektronen mit der Schwärzung  $S=1$  und  $S=0,5$  als Funktion der Stromdichte (Photogr. Material: Agfa-Isochromfilm).

**c) Leuchtschirmhelligkeit und Auflösungsvermögen.**

Die Eingrenzung des Arbeitsbereiches größter Abbildungsschärfe gelingt, wenn man Reihenaufnahmen vermeiden will, nur bei Vorhandensein ausreichender Flächenhelle des zur visuellen Scharfstellung benutzten Fluoreszenzbildes. Die Flächenhelle (Ersatzbeleuchtungsstärke) des Leuchtschirmbildes berechnet sich nach Abschnitt AV 1 zu:

$$E = \frac{j_s \cdot U \cdot \eta \cdot 10^4 \cdot \pi}{0,8} \text{ Lux.}$$

Wird als kleinste für die Scharfstellung gerade noch ausreichende Flächenhelle der Wert  $E = 1$  Lux angenommen<sup>2</sup>, eine Anodenspannung  $U = 10^5$  V zugrunde

<sup>1</sup> Extrapoliert nach Abb. 25.

<sup>2</sup> Vgl. F. SCHRÖTER: Handbuch der Bildtelegraphie und des Fernsehens, S. 473. Berlin: Julius Springer 1932.

gelegt und ferner ein für Leuchtschirme mit dem Auflösungsvermögen  $10^{-2}$  mm (Einkristallschirme!) für diese Spannung zur Zeit etwa zutreffender Wirkungsgrad von  $\eta = 0,8$  HK/W in die Gleichung gesetzt, so ergibt sich eine Stromdichte von  $j_3 = 4 \cdot 10^{-10}$  A/cm<sup>2</sup> als Mindestwert für visuelle Beobachtung. Aus diesen Zahlenwerten ist zu entnehmen, daß bei einem Auflösungsvermögen der Größenordnung  $10^{-6}$  mm die Fluoreszenzschirmbeobachtung gerade nicht mehr gelingt, denn nach der Darstellung Abb. 51 *und* nach Berücksichtigung der oben besprochenen Stromdichtenverluste beim praktischen Arbeiten insbesondere auch der Verluste durch die räumliche Elektronenstreuung in der Objektschicht sind Stromdichten von nur etwa  $10^{-10}$  bis  $10^{-11}$  A/cm<sup>2</sup> in diesem Fall zu erwarten. Bei dieser Sachlage besteht der Zwang, Hilfsmethoden auszubilden und anzuwenden, die während der Scharfstellung größere Stromdichten ergeben.

Eine Hilfsmethode hierzu liegt darin, die *Scharfstellung* selbst (wie dies bei der Bedienung von photographischen Apparaten auch üblich ist) *mit großer Objektivapertur* vorzunehmen und dann erst unter Konstanthaltung der Scharfstellungsdaten unmittelbar vor der *Aufnahme* zu der *kleinen Objektivapertur* überzugehen. Bei diesem Blendwechsel unter Vakuum muß allerdings die Mechanik des Systems so präzise ausgeführt sein, daß die Öffnung der kleinen Blende stets innerhalb der Mittelzone der großen Blende zu liegen kommt. Der durch die große Blende bedingte Aperturwert soll dabei höchstens 10mal so groß gewählt werden wie der Aperturwert der zur photographischen Registrierung vorgesehenen Blende, damit die beiden Schärfegrenzen, zwischen denen die optimale Einstellung liegt, hinreichend genau feststellbar bleiben. Die Mechanik des Blendwechsels wird z. B. erleichtert, wenn die große Blende konstant liegen bleibt und die kleine Blende über die große Blende hinübergeschoben und an Hand der Öffnung der großen Blende zentriert wird.

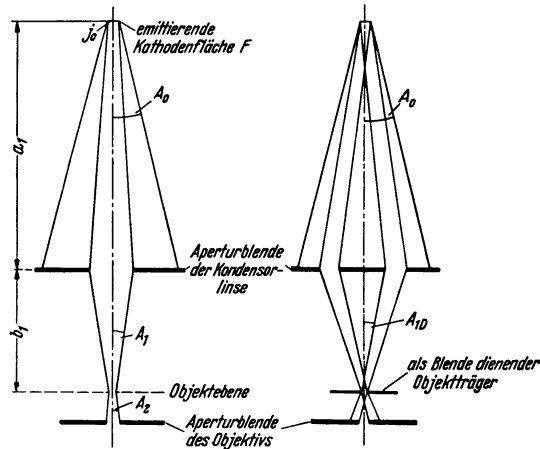
Eine andere sehr vorteilhafte Hilfsmethode, die der Verfasser bei seinen Aufnahmen oft angewendet hat, besteht darin, auf Kosten der Schärfe die Intensität des Leuchtschirmbildes zu steigern (Beobachtung eines Einkristallschirmes in der Zwischenbildebene oder eines Vielkristallschirmes mit etwa eine Größenordnung höherer Wirkungsgrad in der Endbildebene). Zwar geht dann für die visuelle Beobachtung die Schärfe entsprechend zurück, trotzdem gelingt für die photographische Aufnahme die Auffindung bester Schärfe, indem die Mitte zwischen den beiden Einstellungen gewählt wird, wo gerade visuell eine Unschärfe zu beginnen scheint. Da auch bei bester Zentrierung mit der Brennweitenänderung des Objektivs noch ein leichtes Auswandern von Bildkonturen eintritt, läßt sich die Mitte zwischen diesen beiden Einstellungen mit großer Genauigkeit dadurch finden, daß die betreffende Kontur auf die Mitte zwischen den beiden Konturenlagen bei beginnender Unschärfe gebracht wird. Leuchtschirmmarkierungen oder Okularmikrometer erleichtern die Schärfeneinstellung nach diesem Verfahren.

Die vorstehenden Ausführungen zeigen, daß die Einstellung bester Schärfe durch Beobachtung des Fluoreszenzschirmbildes bis zu Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm grundsätzlich möglich ist, wenn die angegebenen Hilfsmethoden benutzt werden.

#### **d) Einstellung des Beleuchtungssystemes auf kleine Objektbelastung.**

Diejenige elektronenoptische Bemessung des Elektronenmikroskopes, bei der die kleinste auflösbare Strecke gerade etwa auf den Betrag des Auflösungsvermögens der photographischen Schicht (bzw. des Fluoreszenzschirmes) vergrößert wird, ist zugleich diejenige, die eine besonders niedrige Objektbelastung zuläßt.

Die Größe der Objektbelastung bei Durchsicht-Hellfeldbetrieb soll an Hand der Darstellung Abb. 53 A abgeleitet werden. Für ein gegebenes Kathodensystem mit der spezifischen Kathodenemission  $j_0$  und dem Aperturwinkel  $A_0$  ist die Elektronendichte in der Objektebene, wie unmittelbar eingesehen werden kann, nur abhängig von der Kondensorapertur  $A_1$ . Im besonderen ist die erzielte Elektronendichte unabhängig von dem *Abbildungsverhältnis im Kondensorsystem*. Das letztere ist vielmehr nur maßgebend für die Größe der mit Elektronen beleuchteten Objektoberfläche. Da der kleinste Querschnitt der Elektronenquelle im allgemeinen nur schwer unter 0,1 mm Durchmesser zu bringen ist und da andererseits die Gesichtsfelder des Übermikroskopes in der Größenordnung



A. Durchsicht Hellfeld. B. Durchsicht Dunkelfeld.

Abb. 53 A und B. Strahlengang im Beleuchtungssystem bei Hellfeld und Dunkelfeld.

einiger  $10^{-3}$  mm liegen, erscheint die Einführung einer Verkleinerung im Kondensorsystem zweckmäßig um den Objektträger, sowie die außerhalb des Gesichtsfeldes liegenden Objektteile nicht unnötig mit Elektronen zu belasten. Praktisch empfiehlt es sich, diese Verkleinerung aus konstruktiven Gründen und damit die Bedienung des Elektronenmikroskopes nicht durch eine zusätzliche Justierung kompliziert wird, nicht zu weit zu treiben.

Die oben erwähnte Tatsache, daß die Elektronendichte in der Objektebene für ein gegebenes System allein von der Kondensorapertur abhängt, läßt zunächst eine große Kondensorapertur als vorteilhaft erscheinen. In der Bemessung der letzteren ist jedoch eine Grenze gegeben, und zwar darf die *Kondensorapertur nicht größer werden als die Objektivapertur*, da sonst eine Abnahme der im Bilde erreichbaren Kontraste stattfindet.

Sobald die Kondensorapertur größer ist als die Objektivblendapertur, wird die die Objektivblendapertur durchsetzende Elektronenmenge durch die räumliche Elektronenstreuung nur noch in stark herabgesetztem Maße beeinflußt werden, und zwar um so weniger, je größer die Kondensorapertur im Verhältnis zur Streuapertur ist. Hinzu kommt, daß eine größere Kondensorapertur auch mit Rücksicht auf die Zunahme der Objektbelastung unerwünscht ist. Umgekehrt kann die durch die Objektivblende gelangende Elektronenmenge auch dann, wenn die Kondensorapertur klein gegen die Objektivapertur ist<sup>1</sup>, nicht oder nur wenig moduliert werden, und zwar bis die Streuapertur den Betrag

<sup>1</sup> Vgl. oben die für den Fall  $A_k = 0$  berechnete Abb. 49.

der Objektivapertur erreicht. Die im Hinblick auf die Modulationsverhältnisse für die Erkennbarkeit dünnster Objektschichten günstigste Kondensorapertur ist bei Vorhandensein einer Objektträgerfolie etwas kleiner als die Objektivapertur. Für den (Grenz-) Fall, daß die *Kondensorapertur gerade gleich der Objektivapertur* wird, erreicht die absolute Größe der Objektbelastung (in  $W \cdot s$ ) den Wert

$$Q = \kappa \left( \frac{A_1}{A_0} \right)^2 \cdot \left( \frac{b_1}{a_1} \right)^2 \cdot F \cdot j_0 U t$$

bzw. die *spezifische Objektbelastung* (in  $\frac{W \cdot s}{cm^2}$ ) den Wert

$$Q_{sp} = \kappa \left( \frac{A_1}{A_0} \right)^2 \cdot j_0 U t.$$

Hierin bedeutet  $t$  die Zeitdauer der Objektbelastung während der Einstellungs- und Aufnahmezeit und  $\kappa$  den Absorptionsfaktor der Objektschicht<sup>1</sup>, der sich aus Abb. 48 ergibt.

Die Größenordnung der spezifischen Objektbelastung, mit der unter praktischen Verhältnissen gerechnet werden muß, liegt so, daß nur bei sehr dünnen Objektschichten die Energieaufnahme- und Abstrahlungsverhältnisse (vgl. Kapitel D II) Zerstörungen verhindern, es sei denn, daß die Objekte eine große Wärmebeständigkeit besitzen. Dagegen dürfte (vgl. Kapitel D III) die durch den Elektronendurchgang bedingte Ionisierung im allgemeinen noch so intensiv sein, daß ursprünglich lebende Substanz außer in ihren primitivsten und widerstandsfähigsten Formen stets abgetötet wird.

#### e) Ultramikroskopie des Elektronenmikroskopes.

Aus den Beziehungen und Abschätzungen über die Belichtungszeiten des Elektronenmikroskopes ist zu ersehen, daß die letzteren für Auflösungsvermögen bis  $10^{-6}$  mm und extrem dünne Objektträgerfolien und Objekte nur Werte von Bruchteilen einer Sekunde zu erreichen brauchen. Da andererseits bei Anwendung von Hilfseinrichtungen zur Konstanthaltung der Scharfstellungsbedingungen Belichtungszeiten bis zu 1000 s ohne weiteres in Frage kommen (sind sie doch bei dem im folgenden Kapitel besprochenen Elektronen-Rastermikroskop in Kauf genommen worden!), so besteht eine Intensitätsreserve von mehr als drei Größenordnungen. Diese Intensitätsreserve kann dazu benutzt werden, um Elektronenbilder hoher Auflösung mit Dunkelfeld herzustellen.

Vom Verfasser durchgeführte Messungen unter den Aperturverhältnissen üblicher lichtmikroskopischer Anordnungen haben ergeben, daß bei etwa 30%iger Bedeckung des Gesichtsfeldes mit streuenden Objektteilchen die Gesamtlichtströme von Dunkelfeld zu Hellfeldbeobachtung sich etwa verhalten wie 1 : 300. Diese Zahlenwerte bedeuten, daß unter den Bedingungen des Lichtmikroskopes bei Dunkelfeldbeobachtung die Belichtungszeiten etwa 100mal so groß sein müssen wie bei Hellfeldbetrieb.

Unter den Verhältnissen des Elektronenmikroskopes (vgl. Abb. 53 B bzw. die Mitteilungen im Buchabschnitt B I 4) beträgt nach experimentellen Erfahrungen des Verfassers der Intensitätsverlust durch Übergang zu Dunkelfeldbeleuchtung (entsprechend auch die Zunahme der spezifischen Objektbelastung) ungefähr drei Größenordnungen. Der Intensitätsverlust ist jedenfalls so groß, daß die visuelle Scharfstellung eines Dunkelfeldbildes bei gutem Auflösungsvermögen selbst bei Anwendung der am Schluß des vorausgehenden Abschnittes beschriebenen Hilfsmethode nur sehr schwer gelingt. Aus diesem Grunde ist

<sup>1</sup> Näheres siehe Kapitel D II 1.



es vorteilhaft, auch die *Blende* des *Beleuchtungssystemes* unter Vakuum *auswechselbar* zu gestalten bzw. eine Vorrichtung vorzusehen, die eine reproduzierbare Dezentrierung des Beleuchtungssystemes gegenüber dem Objektivsystem unter Vakuum einzustellen gestattet. Man hat dann die Möglichkeit, die *Scharfstellung mit Hellfeld* und die *photographische Aufnahme mit Dunkelfeld* und langer Aufnahmezeit vorzunehmen. Damit das Dunkelfeldbild kein geringeres Auflösungsvermögen als das Hellfeldbild aufweist und damit ferner ein ausreichender Kontrastumfang gewährleistet ist, dürfen keine Elektronen auf unerwünschten Bahnen die Objektivblende durchsetzen. Eine Gefahr besteht in dieser Hinsicht bei der Anordnung nach Abb. 53 B als Folge des endlichen Durchmessers der Kathode. Dieser Gefahr wird hier begegnet durch Anwendung eines *als Blende wirkenden Objektträgers*, der nur einen winzigen, dem Gesichtsfeld entsprechenden Teil der Elektronenströmung in den Objektivraum hindurchtreten läßt.

Gegenüber der Ultramikroskopie des Lichtmikroskopes besteht ein wichtiger optischer und ein wichtiger physikalischer Unterschied. Der optische Unterschied folgt aus der Tatsache der sehr kleinen Objektivapertur. Er bewirkt, daß mit zunehmender Massendicke des Objektteilchens die Helligkeit des Teilchenbildes nicht dauernd steigt, sondern nach Erreichen eines Maximums wieder abnimmt. Die Abweichung in physikalischer Hinsicht besteht darin, daß nicht wie bei dem Lichtmikroskop die Abmessung der Ultrateilchen klein gegen die Wellenlänge der abbildenden Strahlung ist. Trotz dieser Unterschiede verdient auch bei dem Elektronenmikroskop die ultramikroskopische Arbeitsweise außerordentliches Interesse. Bietet sie doch die *einzigste Möglichkeit*, um die Existenz von *Teilchen zu erkennen*, deren *Größe weit unterhalb der Auflösungsgrenze* dieses Instrumentes liegt. Im besonderen erscheint die ultramikroskopische Arbeitsweise schon jetzt geeignet, das Vorhandensein einzelner Atome, sowie ihre Verteilung in der Objektebene sichtbar zu machen.

# C. Die theoretischen Grundlagen der Elektronensonden-Mikroskope.

## I. Wirkungsweise.

In vorausgegangenen Abschnitten über die Möglichkeiten des Elektronenmikroskopes wurde gezeigt, daß der durch unterschiedliche Abbremsung der Elektronen in der Objektschicht verursachte chromatische Fehler bei der Untersuchung vieler mikroskopischer Objekte, insbesondere bei der Untersuchung von Mikrotomschnitten, das erreichbare Auflösungsvermögen stark herabsetzen kann. Auf Grund der quantitativen Untersuchung dieser Zusammenhänge gelangte der Verfasser Anfang 1937 zu einem anderen, mit einer Elektronensonde arbeitenden Prinzip<sup>1</sup> elektronenmikroskopischer Abbildung, dem *Elektronen-Rastermikroskop*, bei dem der chromatische Fehler durch Geschwindigkeitsstreuung der Elektronen im Objekt in Fortfall kommt. Die Bedeutung dieser grundsätzlichen Überlegenheit ist durch die vom Verfasser vorgeschlagene Angleichung von chromatischem Fehler und Beugungsfehler, die, wie bereits oben nachgewiesen wurde, den chromatischen Fehler stark einschränkt, sehr verringert worden. Auch der unten (Kapitel D) durchgeführte Vergleich zwischen den durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehlern mindert den Wert dieser Überlegenheit, denn er läßt erkennen, daß außer bei der Untersuchung nahe der Objekt Oberfläche gelegenen Schichten der in beiden Mikroskoparten unvermeidliche Fehler durch räumliche Elektronenstreuung in der Objektschicht ungefähr gleiche oder sogar überwiegende Bedeutung gewinnt. Trotzdem bei der praktischen Anwendung das Fehlen eines visuell zu beobachtenden Endbildes und Zwischenbildes sich als starker Nachteil erwiesen hat, der bisher die Verwirklichung höherer Bildschärfe bei Oberflächenuntersuchung dickerer Objektschichten hinderte, soll im Rahmen dieses Buches ausführlich auf Theorie und praktische Ausführung des Elektronen-Rastermikroskopes eingegangen werden. Der relativ große Raum, der diesem Prinzip hier gewidmet ist, erscheint gerechtfertigt durch die Tatsache, daß wohl allein mit ihm theoretisch die Möglichkeit besteht, Objektstrukturen unter *Aufsichtbeobachtung* mit übermikroskopischer Auflösung zu untersuchen. Hinzu kommt, daß aus dem Elektronen-Rastermikroskop in neuer Zeit noch zwei weitere Elektronensonden-Mikroskope entwickelt worden sind, das *Elektronen-Schattenmikroskop* nach BOERSCH<sup>2</sup>-v. ARDENNE<sup>3</sup> und das *Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop* nach v. ARDENNE<sup>3</sup>. Bei beiden Instrumenten haben Schärfe und Intensität der Elektronensonde eine ähnliche Bedeutung, wie bei dem Rastermikroskop, so daß die Theorie der drei Elektronensonden-Mikroskope in ihren Hauptpunkten übereinstimmt. Das Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop besitzt gegenüber allen Mikroskopen mit abbildender Elektronenstrahlung theoretisch den Vorteil, daß das Auflösungsvermögen unabhängig von der Massendicke der Objektschicht

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Das Elektronen-Rastermikroskop. Theoretische Grundlagen. Z. Phys. Bd. 109 (1938) Heft 9/10 S. 553.

<sup>2</sup> BOERSCH, H.: Das Schattenmikroskop, ein neues Elektronen-Übermikroskop. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 23/24 S. 418.

<sup>3</sup> ARDENNE, M. v.: Zur Leistungsfähigkeit des Elektronen-Schattenmikroskopes und über ein Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 28 S. 485.

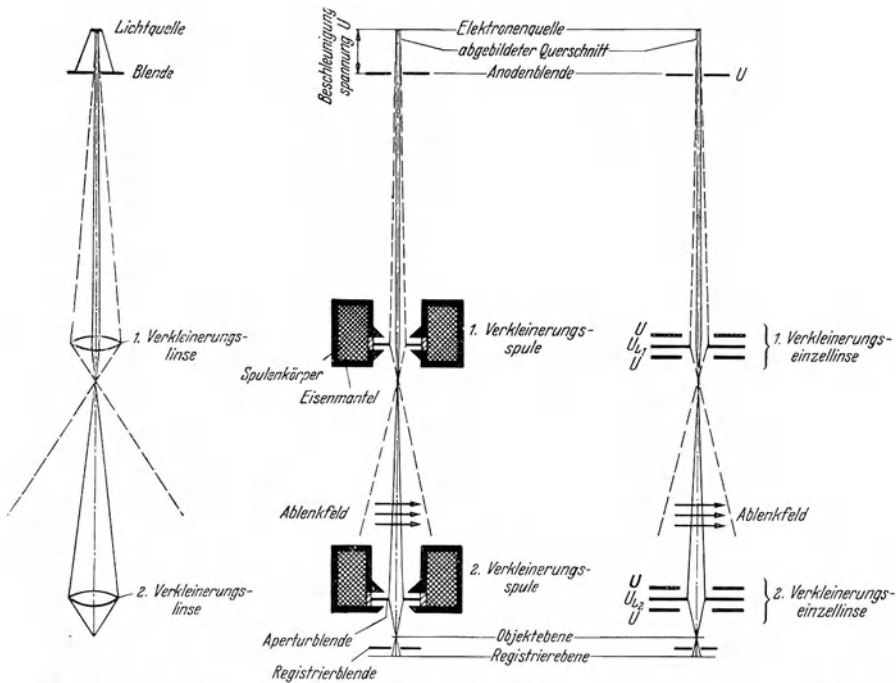
wird, weil eine räumliche Streuung der abbildenden Strahlung in der Objektschicht nicht stattfindet.

Ein gründliches Eingehen auf die Theorie der Elektronensonde ist auch deswegen angebracht, weil alle drei Sondenmikroskope heute erst am Anfang ihrer technischen Durchbildung stehen und weil das gleiche Gedankengut auch noch in anderen Richtungen (Elektronen-Mikrooszillograph<sup>1</sup>, Mikromanipulationen und physikalische Untersuchungen<sup>2</sup> mit Hilfe der Elektronensonde, Herstellung von Beugungsgittern auf photographischem Wege, Herstellung von feinsten Löchern z. B. in Blenden und Filtern durch eine Ionensonde) wichtige Anwendungen zugelassen hat und noch zuläßt.

## 1. Prinzip der Elektronensonden-Mikroskope.

### a) Elektronen-Rastermikroskop.

Das Prinzip des Elektronen-Rastermikroskopes soll an Hand der Abb. 54, in der links die entsprechende lichtoptische Anordnung wiedergegeben ist, erläutert



A. Lichtsonde. B. Magnetisches Rastermikroskop. C. Elektrostatistisches Rastermikroskop.

Abb. 54 A, B und C. Der Strahlengang im Elektronen-Rastermikroskop.

werden. Der Querschnitt eines feinen, stark beschleunigten Elektronenstrahls wird durch geeignete elektronenoptische Mittel — in dem Beispiel durch zweistufige Verkleinerung — im Verhältnis  $10^4$  bis  $10^5$  verkleinert abgebildet. Hierdurch entsteht eine *Elektronensonde äußerster Feinheit*, deren Spitze mit der abzubildenden Ebene des Objektes zusammenfällt. Je nach der Struktur des Objektes an der Auftreffstelle der Elektronensonde ist eine mehr oder weniger

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Der Elektronen-Mikrooszillograph. Z. Hochfrequenztechn. Bd. 54 (1939) Heft 6 S. 181.

<sup>2</sup> Zum Beispiel: Untersuchungen über Elektronenbeugung an feinsten Partikeln und Fasern (Vorschlag P. THIESSEN).

gute Elektronendurchlässigkeit gegeben oder werden mehr oder weniger Elektronen abgebremst, abgelenkt, gestreut, reflektiert und sekundär ausgelöst. Wird die Elektronensonde mit Hilfe von Ablenkungen, die in den elektronenoptischen Strahlengang eingebaut sind, über das Objekt geführt, so gelingt es, aus der Zahl der je Flächenelement durchgelassenen, zurückgelenkten oder abgelösten Elektronen die Feinstruktur der untersuchten Fläche zu erfassen.

Schon ohne Ablenkung (Schattenmikroskope) und in Verbindung mit linearer Ablenkung stellt die Elektronensonde ein wichtiges Hilfsmittel zukünftiger Feinstrukturforschung dar. Wird die Elektronensonde durch zwei zueinander senkrechte Ablenkungen mit unterschiedlicher Ablenkungsgeschwindigkeit, beispielsweise wie bei einem Fernsehrastrer, in nebeneinander liegenden Zeilen über die zu untersuchende Objektfläche geführt, so ist es möglich, die Objektstruktur in Form eines Bildes wiederzugeben, wenn Zahl und in besonderen Fällen zugleich die Energie der Elektronen zur Steuerung der Helligkeit oder der Schwärzung eines Schreibfleckes benutzt wird, der seinerseits — synchron zur Abrasterung auf dem Objekt — die Schreibfläche abrastert. Da in der gezeichneten Form des Rastermikroskopes die *Elektronen nach Durchtritt durch die Objektschicht keine elektronenoptischen Systeme mehr durchlaufen*, ist die unterschiedliche Abbremsung der Elektronen durch das Objekt ohne Einfluß auf das Auflösungsvermögen. Bei Registriermethoden, die nicht auf die Zahl, sondern auf die Energie der Elektronen ansprechen, kann die Mitsteuerung der Elektronengeschwindigkeit sich sogar nützlich auswirken, indem sie die Größe der erreichbaren Kontrastwerte steigert. Die Dicke der Objektschicht muß im Falle der Objektuntersuchung mit Durchstrahlungselektronen selbstverständlich kleiner sein als die Eindringtiefe für Elektronen der Voltgeschwindigkeit  $U$  in eine Ersatzschicht gleicher physikalischer Eigenschaften. Das Auflösungsvermögen selbst wird bestimmt durch die erreichbare Schärfe der Elektronensonde.

### b) Elektronen-Schattenmikroskop.

Das Prinzip des Elektronen-Schattenmikroskopes ist in Abb. 55 A dargestellt. Die Spitze der Elektronensonde übernimmt hier die Rolle einer nahezu *punktförmigen Elektronenquelle*, von der aus eine Schattenprojektion des Objektes auf die Ebene einer registrierenden Photoschicht geworfen wird. Bei dem Elektronen-Schattenmikroskop fällt die Notwendigkeit einer Rasterung und einer Scharfstellung fort. An die Stelle der letzteren tritt die Einstellung der Sondenspitze auf einen bestimmten Abstand zum Objekt. Wie aus der Darstellung Abb. 55 A und B hervorgeht, wird bei Vernachlässigung der Strahlenbeugung am Objekt das Auflösungsvermögen durch die SONDENSCHÄRFE bzw. durch die Wirkung der KAUSTIK<sup>1</sup> (s. Abschnitt C II 3) bedingt. Die erhaltene Vergrößerung folgt nach dem Strahlensatz als das Verhältnis der Entfernung der Indikatorebene von dem Achsenschnittpunkt der Strahlen zur Entfernung der Objektebene von diesem Schnittpunkt. Um eine nutzlose Verdünnung der Strahlungsenergie in der Indikatorebene zu vermeiden, empfiehlt es sich, das Streckenverhältnis gerade so einzustellen, daß der Wert des wirklichen Auflösungsvermögens auf den Betrag des Auflösungsvermögens der Indikatorschicht vergrößert wird. Die absolute Größe des Abstandes SONDENSCHÄRFE/Objekt, die für den weiter unten besprochenen Beugungseinfluß wesentlich ist, hängt ab von der Größe des Gesichtsfeldes, das verlangt wird. Diese Größe bestimmt zugleich die Baulänge des Schattenprojektionsraumes. Charakteristische Betriebsdaten des Elektronen-Schattenbildmikroskopes seien durch folgendes Beispiel veranschaulicht:

<sup>1</sup> BOERSCH, H.: Das Elektronen-Schattenmikroskop I. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 12 S. 346.

Sondenschärfe  $10^{-5}$  mm, Öffnungsverhältnis der Sonde  $10^{-2}$ , Gesichtsfeld-durchmesser  $5 \cdot 10^{-3}$  mm, Auflösungsvermögen der Photoschicht  $10^{-2}$  mm.  $g = 0,5$  mm,  $b = 50$  cm. Endbilddurchmesser 5 mm.

Die Intensitätsgrenzen beim Schattenmikroskop sind ähnliche wie beim Rastermikroskop. Der Hauptunterschied liegt darin, daß bei dem Rastermikroskop die einzelnen Bildpunkte nacheinander belichtet werden, während beim Schattenmikroskop alle Bildelemente gleichzeitig und ohne Zeilenstruktur bestrahlt werden. In beiden Fällen verteilt sich die beim Raster- und Schattenmikroskop fast in gleicher Größenordnung liegende Sondenenergie, über die gesamte Belichtungszeit gesehen, auf die gleiche Indikatorfläche. Die Sondenlage muß, um zusätzliche Bildunschärfen

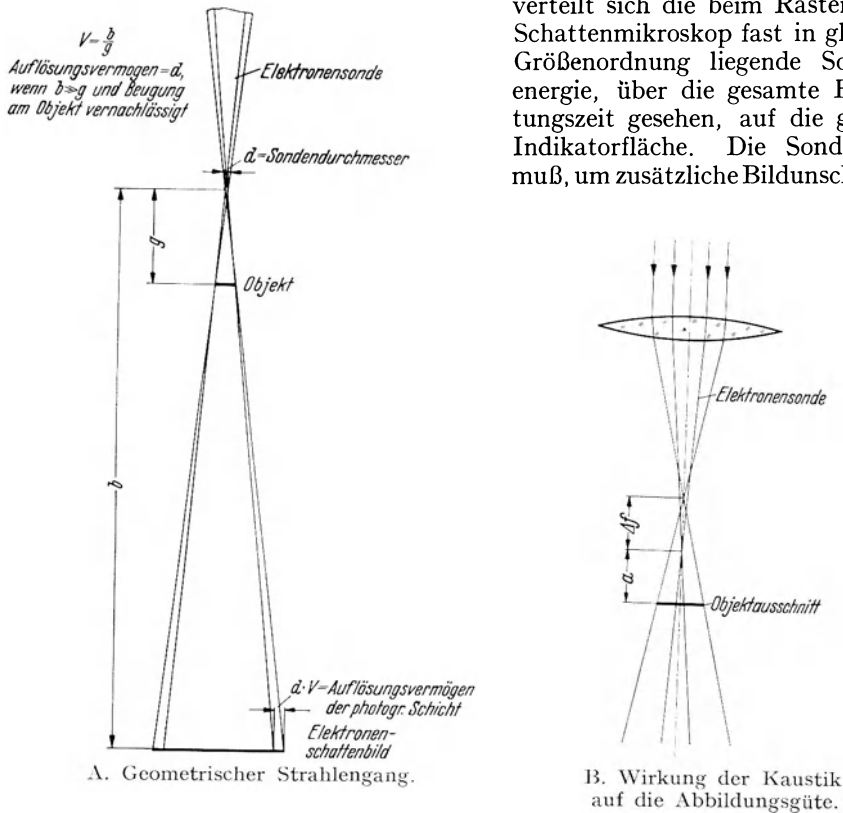


Abb. 55 A und B. Abbildung im Elektronen-Schattenmikroskop.

zu vermeiden, beim Schattenmikroskop während der ganzen Belichtungszeit mit mindestens dem Werte des Auflösungsvermögens erhalten bleiben. Infolge der Verteilung der geringen Sondenintensität auf die ganze Bildfläche gelingt bei dem Schattenmikroskop-Prinzip bei höherem Auflösungsvermögen eine Kontrolle der eingestellten Objektzone aus Fluoreszenzschirmbeobachtung nicht mehr. Da das Elektronen-Schattenmikroskop-Prinzip fast nur Nachteile gegenüber dem normalen Elektronenmikroskop aufweist, und da ferner das Prinzip nicht zur Aufsichtsbeobachtung von Objekten herangezogen werden kann, ist nicht anzunehmen, daß es größere praktische Bedeutung erlangen wird.

### c) Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop.

Ein anderes ebenfalls mit Elektronensonde und kurzweiliger Strahlung arbeitendes Prinzip zur Schattenbildgewinnung von mikroskopischen Objekten

kommt bei dem *Röntgenstrahlungs-Schattenmikroskop* nach Abb. 56 zur Anwendung. Hier werden in den Teilen des Strahlenganges, wo eine Strahlenbrechung notwendig ist, Elektronenstrahlen und in den Bereichen, wo eine geradlinige Fortpflanzung erwünscht ist (in der Objektschicht) Röntgenstrahlen benutzt. Während bei allen Elektronenmikroskopen der Untersuchung innerer Objektschichten dickerer Objekte durch den oben besprochenen Vorgang der räumlichen Elektronenstreuung enge Grenzen gezogen sind, ist bei dem Röntgen-Schattenmikroskop das *Auflösungsvermögen unabhängig von der Objektschichtdicke*. Diese Tatsache ist von grundsätzlicher Bedeutung. Sie rechtfertigt die Inkaufnahme der im letzten Abschnitt angedeuteten Nachteile der Schattenbilderzeugung mit Hilfe der Elektronensonde und der besonders geringen Intensität der abbildenden Strahlung infolge des mäßigen Wirkungsgrades bei der Umsetzung der Sondenenergie in Röntgenstrahlung und infolge der ungerichteten Ausbreitung der Röntgenstrahlung.

Bei diesem Mikroskop muß die Sondenspitze genau mit der Antikathodenfläche, die zweckmäßig zu polieren ist, zusammenfallen. Die Schärfeneinstellung kann aus einer Reihe von Testaufnahmen mit geänderter Brennweite der Verkleinerungsoptik ermittelt werden. Bei größeren oder während der Scharfstellungsperiode auf Kosten des Auflösungsvermögens heraufgesetzten Sondenstromstärken

gelingt auch die Auffindung optimaler Schärfe mit Hilfe eines lichtmikroskopisch betrachteten Einkristallschirmes, wenn er etwa in der Mitte zwischen Objekt und Photoschicht in den Strahlengang eingeschoben wird.

Damit nicht durch Elektronenstreuung in der Antikathode die Zone vergrößert wird, von der die Röntgenstrahlung ausgeht und damit ferner die entstehende Röntgenstrahlung so weich bleibt, daß bereits Objektschichten von wenigen  $10^{-3}$  mm Dicke gute Kontraste entstehen lassen, muß bei dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop mit sehr kleinen Beschleunigungsspannungen (Größenordnung  $10^4$  V) gearbeitet werden.

Für die Bemessung der Entfernungen von der Antikathode zur Objektebene und zur Indikatorebene gelten die gleichen Richtlinien, wie sie schon im Zusammenhang mit dem Elektronen-Schattenmikroskop besprochen worden sind. Da die Röntgenstrahlung von der Antikathodenebene nahezu ungerichtet in den Raum gestrahlt wird, kann die absolute Größe des Abstandes Sondenspitze/Objekt wesentlich kleiner gewählt werden als bei dem Elektronen-Schattenmikroskop, ohne daß der Gesichtsfelddurchmesser kritisch kleine Werte annimmt. Diese Tatsache ist deswegen wichtig, weil sie dazu führt, daß der Fehler durch die Fresnel-Beugung trotz der sehr viel längeren Wellenlänge der Röntgenstrahlung nicht wesentlich über den gleichen Fehler beim Elektronen-Schattenmikroskop hinausgeht. Charakteristische Betriebsdaten des Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopes finden sich im folgenden Beispiel aufgezählt:

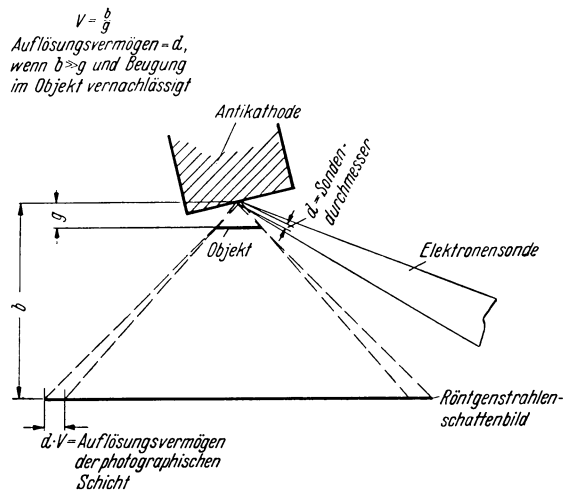


Abb. 56. Abbildung im Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop.

Sondenschärfe  $10^{-4}$  mm, Sondenstrom etwa  $10^{-9}$  A, Anodenspannung  $10^4$  V, Gesichtsfelddurchmesser  $5 \cdot 10^{-2}$  mm, Auflösungsvermögen der Photoschicht für Röntgenstrahlung  $10^{-2}$  mm,  $g = 3 \cdot 10^{-2}$  mm,  $b = 3$  mm. Endbildungsdurchmesser 5 mm.

Eine besonders einfache Anordnung, die auch Objektbeobachtung an Luft zuläßt, ist dann gegeben, wenn als Antikathode eine dünne Folie von kleinem Durchmesser benutzt wird, die zugleich den Abschluß des Vakuumraumes bildet. Bei dieser Form kann das Mikroskop, wie Abb. 57 zeigt, als abgeschmolzene Einheit gebaut und eine besonders kurzbrennweitige Linse benützt werden. Die Ausführung der Antikathode als Folie gibt die Möglichkeit, durch Wahl sehr dünner Antikathodenfolien die Verringerung des Auflösungsvermögens durch

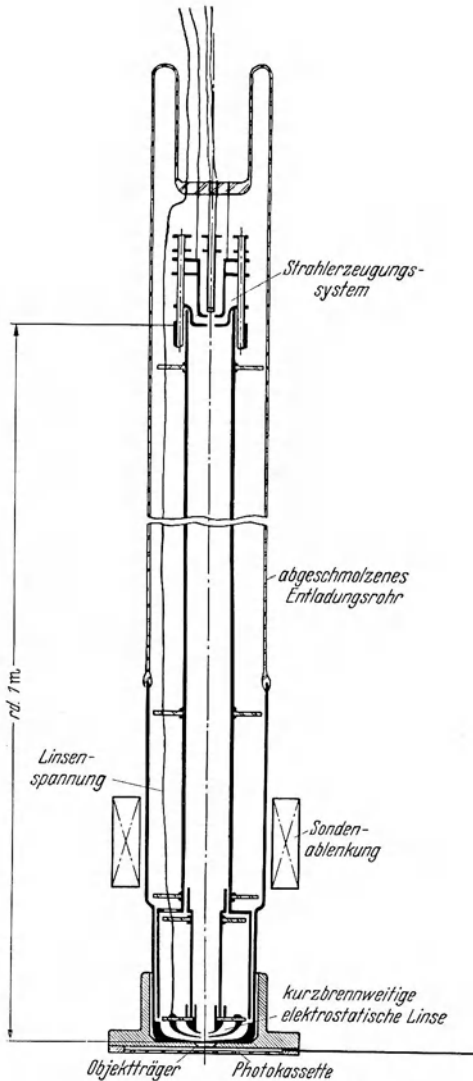


Abb. 57. Systemaufbau des Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopes.

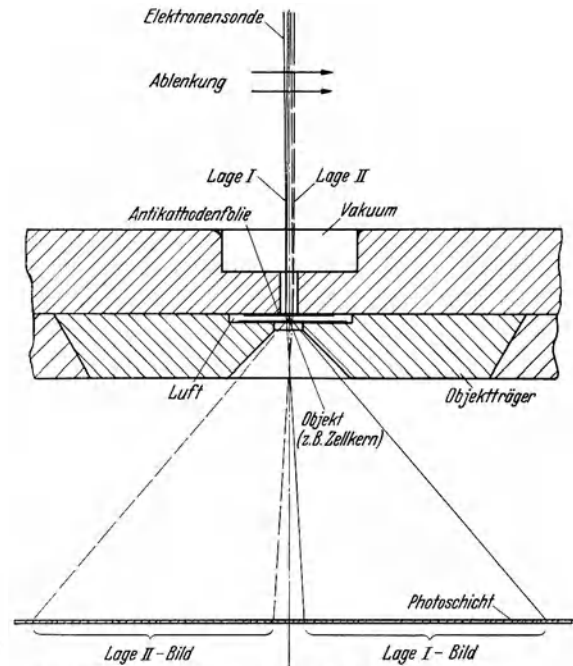


Abb. 58. Gewinnung von Stereo-Röntgenbildern mit dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop.

räumliche Elektronenstreuung stark abzuschwächen. Die bei extrem dünnen Antikathodenfolien in den Objekt- und Indikatorraum eventuell gelangenden Elektronen können durch ein elektrisches Hilfsfeld oder durch stärker gegen die Achse der Elektronensonde geneigte Schattenabbildungen von den zur Abbildung benutzten Bereichen der Photoschicht ferngehalten werden.

Die ideale Tiefenschärfe des Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopes, die in der geradlinigen Ausbreitung der Röntgenstrahlen begründet liegt, läßt dieses Prinzip als ebenfalls gut geeignet zur *Herstellung von Mikro-Raumbildern* (vgl. hierzu auch den Buchabschnitt N) erscheinen. Die Gewinnung von Stereo-

Röntgenbildern wird durch die Zeichnung Abb. 58 veranschaulicht. Der Grundgedanke besteht darin, daß die Sonde zwischen zwei Aufnahmen des gleichen Objektes um einen kleinen Betrag ausgelenkt wird. Man erhält dann Bilder aus verschiedenen Blickrichtungen, die ein über den ganzen Raum des untersuchten Objektes gleichbleibend scharfes Stereobild zulassen.

Aus Intensitätsgründen sind zwar dem Auflösungsvermögen des Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopes verhältnismäßig enge Grenzen gezogen, doch dürfte trotzdem diese Anordnung als Ergänzung der Elektronen und Lichtmikroskope Bedeutung haben. So ist beispielsweise bei Objekten größerer Massendicke die Erzeugung von Mikrostereobildern, die in allen Ebenen des Objektraumes gleichbleibende Schärfe besitzen, auch dann von großem Interesse, wenn das Auflösungsvermögen gleich oder sogar kleiner ist als das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes.

## 2. Herstellung der Elektronensonde.

Zwei zweckmäßige Verfahren zur Herstellung der äußerst feinen Elektronensonde sind in Abb. 54B und C angegeben. In beiden Fällen wird ein Anfangsquerschnitt mit Hilfe von zwei kurzbrennweitigen Elektronenlinsen (magnetischen Polschuhlinsen oder elektrostatischen Einzellinsen) etwa im Verhältnis  $1:10^4$  bis  $1:10^5$  verkleinert. Damit zwei Verkleinerungsstufen genügen, kommt es darauf an, daß bereits ein möglichst kleiner abzubildender Anfangsquerschnitt des Elektronenstrahles gegeben ist. Weiterhin ist wichtig, daß auch die Intensität des von dem abgebildeten Querschnitt ausgehenden und von dem Verkleinerungssystem aus dem Elektronenbündel herausgeschnittenen Elektronenstrahls möglichst hohe Werte aufweist. Elektrodenanordnungen, die sowohl hinsichtlich Anfangsquerschnitt als auch hinsichtlich Intensität für Beschleunigungsspannungen der Größenordnung  $10^4$  bis  $10^5$  V günstig bemessen sind, finden sich bereits eingehend im Abschnitt A IV 2 (Abb. 18 und 19) besprochen. In den oben gezeichneten Anordnungen wird der Strahlquerschnitt durch Potentialblenden auf etwa 0,1 mm Durchmesser sauber begrenzt, so daß bei den angegebenen Verkleinerungen Sondenspitzen von  $10^{-5}$  bis  $10^{-6}$  mm entstehen, sofern nicht Abbildungsfehler die Sondenschärfe herabsetzen.

## 3. Die Ablenkung der Elektronensonde.

Um ein Wandern der Sonde über die Objektfläche zum Zwecke der Abrasterung oder der Gesichtsfeldeinstellung zu bewirken, muß eine Relativbewegung zwischen Sonde und Objektfläche erfolgen. In der lichtoptischen Anordnung (Abb. 54A) würde hierzu ein Prisma von variablem Brechungswinkel oder eine Bewegung des Objektes notwendig sein. Bei den elektronenoptischen Anordnungen besteht ein besonders einfacher Weg zur Erreichung der Relativbewegung, der in Abb. 59 schematisch dargestellt ist. Hier wird bei feststehendem Objekt der Einfallswinkel der Elektronen in die letzte Verkleinerungsoptik durch schon in Abb. 54 angedeutete elektrische oder magnetische Ablenkkfelder um kleine Beträge verändert. Selbst bei hochgespannten Beschleunigungsspannungen genügen Ablenkkfeldstärken, die um ein bis zwei Größenordnungen schwächer sind, als die in der Fernstehteknik üblichen Feldstärken, um die Auftreffstelle der Elektronensonde  $10^{-2}$  mm zu verschieben (Seitenlänge der größten zu untersuchenden Objektschichtfläche beim Rastermikroskop).

Beim Rastermikroskop wird die Bewegungsgeschwindigkeit der Elektronensonde über die Objektfläche durch die weiter unten besprochenen Intensitätsverhältnisse bestimmt. Je empfindlicher der zur Anwendung kommende



Elektronenindikator ist, je kleiner der gewünschte Helligkeits- bzw. Schwärzungs-  
umfang zu sein braucht und je kleiner das benötigte Auflösungsvermögen ist,  
mit desto größerer Abtastgeschwindigkeit kann gearbeitet werden. Relativ-  
geschwindigkeiten der Abtastung, wie sie bei dem Fernsehen zur Anwendung  
kommen und die eine unmittelbare und fortlaufende Sichtbarmachung der  
Objektschichtstruktur gestatten, sind bei dem heutigen Stand der Technik,

wie theoretische Überlegungen und Experimente in gleicher Weise ge-  
zeigt haben, ausschließlich anwend-  
bar, wenn das geringe Auflösungs-  
vermögen von  $10^{-3}$  mm beispielsweise  
zur mikroskopischen Untersuchung  
der Sekundäremission von Ober-  
flächen oder zur Herstellung von  
Übersichtsbildern genügt.

Bei Ablenkung in nur *einer* Rich-  
tung gelingt eine fortlaufende, bei-  
spielsweise oszillographische Sicht-  
barmachung der Struktur einer Zeile  
der Objektschicht mit Bewegung-  
geschwindigkeiten, die zwei bis drei  
Größenordnungen unter den Relativ-  
geschwindigkeiten des Fernsehens  
liegen. Wie die weiter unten ge-  
brachten Zahlenwerte vermuten las-  
sen, könnte bei dieser Methodik die  
Auflösungsgrenze des Lichtmikro-  
skopes bereits um eine Größenord-  
nung übertroffen werden. Durch  
langsames Herüberführen der Ab-  
tastzeile über die Objektfläche und  
gleichzeitiges Photographieren der  
intensitätsgesteuerten Zeile auf dem  
Schirm einer als Empfänger dienen-  
den BRAUNschen Röhre kann bei  
fortlaufender Sichtbarkeit der Struk-  
tur der Objektfläche photographiert  
werden. Hierzu ist es nur notwendig,  
daß synchron zur Bewegung der  
Sonde in Y-Richtung eine amplitu-  
denrichtige Ablenkung der Zeilen-  
lage auf der Empfängerröhre bzw. des photographischen Materials der Aufnahme-  
einrichtung stattfindet. Dieses Verfahren hat den Vorteil, daß eine ständige  
Kontrolle der Schärfeneinstellung während der Aufnahme stattfinden kann.

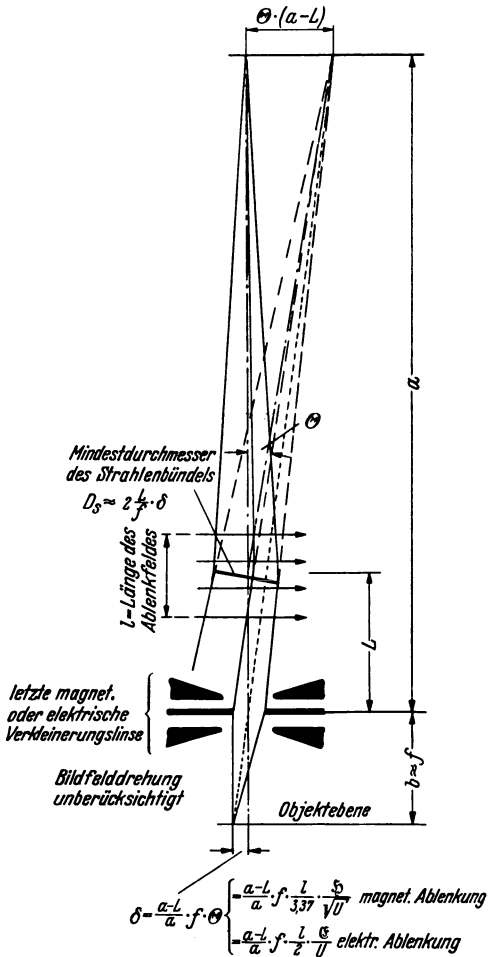


Abb. 59. Die Ablenkung der Elektronensonde.

Für höhere Auflösungsvermögen müssen die Ablenkgeschwindigkeiten bei dem Rastermikroskop aus Intensitätsgründen noch weiter herabgesetzt werden. Die Herstellung des Rasters erfolgt dann zweckmäßig mit Hilfe einfacher, mechanisch gesteuerter Einrichtungen. Die Abtastzeit für das ganze Bild steigt gleichzeitig auf mehrere Minuten, ja sogar mehrere Stunden, je nach der Zahl der für das Bild gewünschten Bildpunkte. Belichtungszeiten der genannten Größe sind in der Physik bekanntlich nichts Ungewöhnliches, denn auch in der Praxis der Spektralanalyse, der Astrophotographie usw. sind längere Belichtungs-

zeiten stets in Kauf genommen worden, wenn sie den einzigen Weg bildeten, um Einblick in sonst verschlossene Gebiete zu erhalten.

#### 4. Die verschiedenen Beleuchtungsarten beim Rasterelektronenmikroskop.

Das normale Elektronenmikroskop besitzt, wie schon oben begründet wurde, nur bei Objektdurchstrahlung das volle Auflösungsvermögen. Dem gegenüber gestattet das Elektronen-Rasterelektronenmikroskop theoretisch die Erreichung des vollen Auflösungsvermögens auch bei Aufsichtsbeobachtung.

Die Lage des Elektronenindicators gegenüber der Objektschicht ist in Abb. 60 für die verschiedenen Beleuchtungsarten schematisch dargestellt. Im Fall A der Abb. 60, das heißt *Durchsicht-Hellfeldbeleuchtung*, kann im Gegensatz zum normalen Elektronenmikroskop die Apertur der Auffangfläche des Elektronenindicators durch Bemessung der Auffangfläche bzw. durch Zwischenschaltung einer Blende in weitesten Grenzen verändert werden. Eine *Anpassung der Apertur an den*

*mittleren Winkel der von der Objektschicht abgehenden räumlichen Streuung ist möglich.* Infolgedessen gelingt es, die Stromverluste durch starke räumliche Streuung bei dickeren Objektschichten klein zu halten.

Bei der in Abb. 60B angedeuteten *Durchsicht-Dunkelfeldbeleuchtung* wird der Hauptstrahl von der Fangelektrode ferngehalten und es gelangen nur die unterschiedlich gestreuten oder abgelenkten Elektronen zur Auffangfläche. Man könnte sogar daran denken, der Auffangfläche des Elektronenindicators solche Form zu geben, daß nur die Intensität vorgegebener Beugungsbilder registriert wird. Dieses Verfahren, das aus Intensitätsgründen besonders empfindliche Indikatoren verlangt, setzt selbstverständlich das Vorhandensein mikrokristalliner Objektelemente in der zu untersuchenden Objektschicht voraus. Auch bei Dunkelfeldbetrieb kann der Aperturwert der Auffangfläche sehr viel größer sein als beim normalen Elektronenmikroskop und infolgedessen ein anderer Verlauf der Kurve herbeigeführt werden, die den Zusammenhang zwischen Massendicke der durchstrahlten Objektschicht und Tonwert angibt.

Die Lage der Auffangfläche gegenüber Elektronensonde und Objekt bei *Aufsichtsbeleuchtung*<sup>1</sup> findet sich schematisch in Abb. 60C angegeben. Die Abnahme der Sekundäremission bei steigender Anodenspannung hat zur Folge,

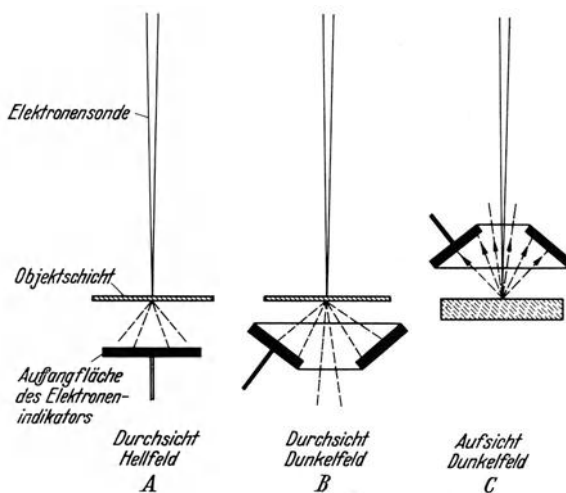


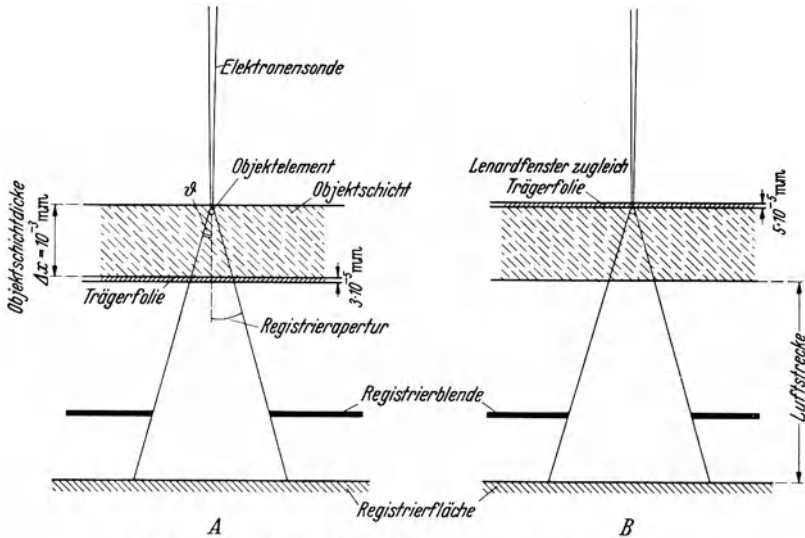
Abb. 60 A, B und C. Die verschiedenen „Beleuchtungs“-arten beim Elektronen-Rasterelektronenmikroskop in schematischer Darstellung.

<sup>1</sup> Ähnliche Anordnungen sind für die Sichtbarmachung grober Strukturen im Rahmen von Untersuchungen mit anderen Zielen schon früher benutzt worden: Vgl. die Arbeit M. KNOLL: Aufladepotential und Sekundäremission elektronenbestrahlter Oberflächen. Z. techn. Phys. Bd. 16 (1935) Heft 11 und die Abb. 7 der Arbeit M. v. ARDENNE: Über Versuche mit lichtempfindlichen Halbleiterschichten in Elektronenstrahlröhren. Z. Hochfrequenztechn. Bd. 50 (1937) Heft 5, sowie die dieser Veröffentlichung zugrunde liegende Deutsche Patentanmeldung L 84 500 vom 20. 9. 1933.

daß bei Aufsichtbeobachtung kleinere Elektronengeschwindigkeiten in Frage kommen können als bei Durchsichtbeobachtung. Eine Grenze für die Herabsetzung der Anodenspannung ist durch die Abnahme der Sondenschärfe gegeben. Auch bei verringerter Anodenspannung bleibt die Eindringtiefe der Elektronen in die Objektschicht  $10^{-2}$  bis  $10^{-3}$  mm groß. Trotzdem werden nur die *unmittelbar an der Oberfläche befindlichen Schichten*, wo noch keine kritische Verbreiterung der Elektronensonde durch räumliche Elektronenstreuung stattgefunden hat, abgebildet, wenn die Anordnung so getroffen ist, daß nicht die schnellen elastisch reflektierten Elektronen, sondern die langsamen *Sekundärelektronen* zur Tonwertsteuerung herangezogen werden. Der Grund hierfür liegt darin, daß ausschließlich die unmittelbar an der Objektschicht ausgelösten Elektronen in der Lage sind, aus der Objektschicht in den freien Vakuumraum hinauszutreten, denn die Durchdringungsfähigkeit der ausgelösten Sekundärelektronen liegt in der Größenordnung weniger Atomdurchmesser.

### 5. Untersuchung von Objekten in Luft.

Rastermikroskop und Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop gestatten theoretisch auch die Untersuchung von Objekten, die sich an freier Luft befinden,



Beispiel maßstäblich für  $U = 5 \cdot 10^4$  V, Objektschicht Al.

Abb. 61 A und B. Objektanordnung für Untersuchung im Vakuum (A) und in Luft (B).

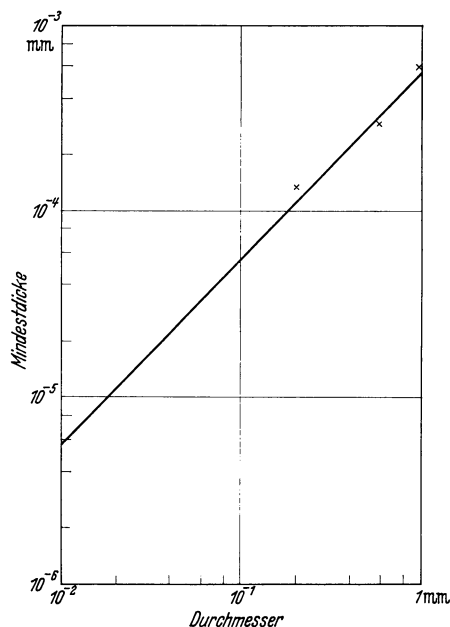
mit gutem Auflösungsvermögen. Die Anordnung eines Objektschnittes auf der Tragfolie bei Untersuchung in Vakuum und bei Untersuchung in Luft mit dem Rastermikroskop, ist in Abb. 61 für ein Beispiel gezeichnet. Bei Beobachtung an Luft dient die Tragfolie gleichzeitig als Lenard-Fenster. Im letzteren Falle wird das Auflösungsvermögen durch räumliche Elektronenstreuung im Lenard-Fenster verringert. Die Größe dieses Fehlers ergibt sich bereits aus Abb. 44. Sie wird bestimmt durch die Dicke des Lenard-Fensters. Den Zusammenhang zwischen Mindestdicke und Durchmesser von Kollodiumhaut-Lenard-Fenstern vermittelt Abb. 62. Die auf Grund von Messungen und Rechnungen gewonnene Kurve läßt eine Dicke von etwa  $5 \cdot 10^{-5}$  mm als untere praktische Grenze erkennen. Für diesen Wert besteht ein ausreichender Sicherheitskoeffizient, wenn

der Durchmesser des Kollodiumfensters auf etwa  $4 \cdot 10^{-2}$  mm gebracht wird. Trotzdem das Fenster damit bereits den Durchmesser feinsten Spindnsen erreicht hat, ist es immer noch gro gegenber der Rasterflche. Auch bei den angegebenen Werten ist noch eine erhebliche vom Atmosphrendruck abhngige Durchbiegung gegeben. Die Schwankungen der Objektlage bei Schwankungen des Atmosphrendruckes von 1% sind gerade noch klein genug, um innerhalb des Tiefenschrfenbereiches einer Optik mit dem ffnungsverhltnis  $10^{-2}$  mm zu liegen. Selbstverstndlich ist bei dem Arbeiten an Luft dafr zu sorgen, da

$$\text{theoretisch: } s = \frac{D \cdot \gamma \cdot p_1}{200 \cdot K_z}$$

- $s$  = Mindestdicke in mm,
- $D$  = Durchmesser in mm,
- $\gamma$  = Formfaktor  $\approx 0,5$ ,
- $K_z$  = Zugfestigkeit in  $\text{kg/mm}^2$ ,
- $p$  = Druck in  $\text{kg/cm}^2 \approx 1$ ,
- $K_z$  (gemessen)  $\approx 4,5 \text{ kg/mm}^2$ .

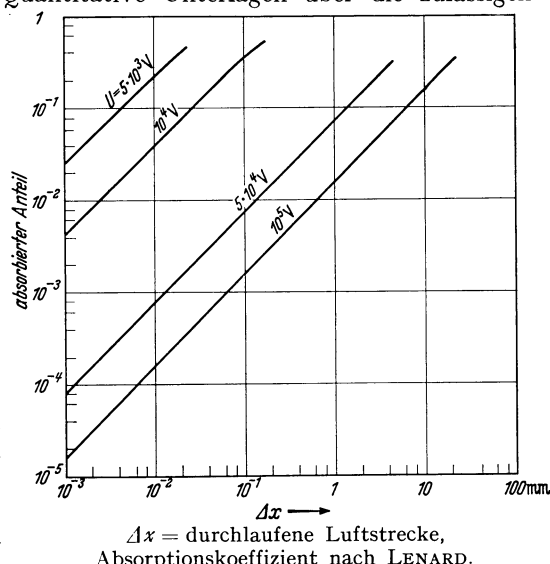
Abb. 62. Zusammenhang zwischen Mindestdicke und Durchmesser von Kollodiumhaut-Lenard-Fenstern.



die Elektronen vor Erreichung der Auffangflche keine wesentlichen Intensitts- oder Energieverluste erfahren. Quantitative Unterlagen ber die zulssigen Abstnde zwischen Objektschicht und Auffangflche fr verschiedene Elektronengeschwindigkeiten und verschiedene Absorptionen gibt die Darstellung Abb.63. Die letztere zeigt, da bei Spannungen oberhalb  $10^4$  V, die fr die Untersuchungen an Luft wohl nur in Frage kommen, die Maximalabstnde aus mechanischen Grnden erreichbar sind.

Bei Objektuntersuchungen an Luft mit dem Rntgenstrahlenschattenmikroskop wird man die Antikathode als Folie mit kleinem Durchmesser ausbilden, die dann gleichzeitig den Abschlu des Vakuumraumes darstellt (Abb. 57). Auf diese Weise gelangt man zu einer Anordnung mit durchgehender optischer Achse.

Nachdem im vorstehenden die Prinzipien der Elektronensonden-Mikroskope erlutert und die wichtigsten Ausfhrungsmglichkeiten angedeutet worden



$\Delta x$  = durchlaufene Luftstrecke,  
Absorptionskoeffizient nach LENARD.

Abb. 63. Absorption von Elektronenstrahlen in Luft.

<sup>1</sup> Vgl. Htte, Bd. II (1931) S. 373.

sind, sollen in dem folgenden Abschnitt die Grenzen für die Sondenschärfe, unter besonderer Berücksichtigung der Verhältnisse beim Rastermikroskop, besprochen werden. Im Hinblick auf vorausgegangene Kapitel, die das entsprechende Thema für das normale Elektronenmikroskop behandeln, mag es genügen, nur auf die Unterschiede zwischen den Fehlern der beiden Mikroskoparten einzugehen.

## II. Die Grenzen für das Auflösungsvermögen.

Die Fehlerarten, die bei den Sondenmikroskopen die Schärfe der Elektronensonde begrenzen, sind die gleichen, die beim normalen Elektronenmikroskop das Auflösungsvermögen bestimmen. Bei der Besprechung der Fehler kann daher die gleiche Unterteilung benutzt werden. Auch sollen wieder die verschiedenen Fehler in die Objektebene zurückprojiziert werden, um den Vergleich der Einzelfehler und die Berechnung des Gesamtfehlers zu erleichtern.

### 1. Der Beugungsfehler.

Die Größe des Beugungsfehlers bei dem Elektronen-Rastermikroskop läßt sich nach den gleichen Gesetzen unter Einsetzung der de Broglie-Wellenlänge

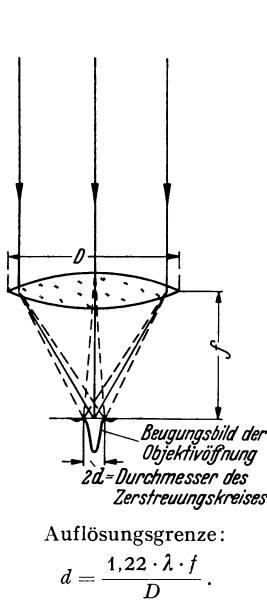


Abb. 64. Der Beugungsfehler des Rastermikroskops.

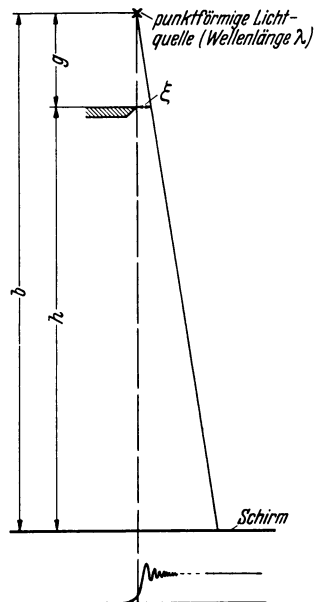


Abb. 65. FRESNELSche Beugung durch eine Kante.

Intensitätsverteilung auf dem Schirm

Maxima:

$$\xi = \sqrt{\frac{8n+3}{2}}$$

$$\sqrt{\frac{2}{\lambda} \left( \frac{1}{g} + \frac{1}{h} \right)}$$

$$n = 0, 1, 2, 3 \dots$$

Minima:

$$\xi = \sqrt{\frac{8n-1}{2}}$$

$$\sqrt{\frac{2}{\lambda} \left( \frac{1}{g} + \frac{1}{h} \right)}$$

$$n = 1, 2, 3 \dots$$

berechnen, die in der Beugungstheorie des optischen Fernrohres maßgebend sind. Eine Darstellung hierzu bringt Abb. 64. Der Beugungsfehler hat, wie die angegebene Beziehung erkennen läßt, angenähert die gleiche Größe wie der Beugungsfehler beim normalen Elektronenmikroskop und kann daher aus Abb. 32 entnommen werden. Die Beugung an der Objektivöffnung begrenzt in gleicher Weise die Sondenschärfe beim Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop. Sie ist jedoch beim Elektronen-Schattenmikroskop, wegen der verwendbaren größeren Objektivöffnung (s. unten) ohne Bedeutung.

Bei dem Elektronen-Schattenmikroskop und bei dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop muß außerdem die FRESNELSche Beugung am Objekt berücksichtigt werden. Die Intensitätsverteilung der FRESNELSchen Beugungserscheinung an einer Kante ist in Abb. 65 dargestellt. Wird der Übergang zum ersten Maximum als entscheidend für das Auflösungsvermögen angesehen, so erhält man die Unschärfe zu

$$d \approx \sqrt{\frac{3}{4} g \cdot \lambda}.$$

Beträgt beispielsweise beim Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop die Wellenlänge der Maximalintensität  $10^{-7}$  mm und wird die Strecke  $g$  zu  $10^{-1}$  mm gewählt, so liegt die Übergangsschärfe infolge der FRESNELSchen Beugung bereits in der Größenordnung  $10^{-4}$  mm. In dem Beispiel wäre die Schärfe der Sonde durch Anwendung entsprechend großer Öffnungen diesem Beugungsfehler anzugleichen, um möglichst große Sonden- und Strahlungsintensitäten zu erzielen.

Bei dem Elektronen-Schattenmikroskop darf der Abstand  $g$  mit Rücksicht auf die Verzeichnung nicht kleiner als die Brennweitendifferenz gewählt werden, so daß hierdurch die untere Grenze des Beugungsfehlers festgelegt ist.

## 2. Der Raumladungsfehler.

Eine Beeinflussung des elektronenoptischen Strahlenganges durch Raumladung ist an mehreren Stellen der Anordnungen Abb. 54 denkbar. Von grundsätzlicher Bedeutung ist die Antwort auf die Frage, welcher *kleinste Querschnitt* bei den praktisch benutzten Öffnungsverhältnissen für verschiedene Beschleunigungsspannungen *in Abhängigkeit von dem Sondenstrom* erreichbar ist. Eine analoge Rechnung für Fernsehröhren wurde in Anlehnung an eine Untersuchung von ZWORYKIN bereits in einer früheren Arbeit<sup>1</sup> durchgeführt. Es mag daher genügen, hier in Abb. 66 die Rechenergebnisse für den Fall feiner Elektronensonden mitzuteilen. Der Verlauf der Kurven zeigt, daß bei allen praktisch in Frage kommenden Voltgeschwindigkeiten der Elektronen die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch die Raumladung in der Sondenspitze erst bei Sondenströmen eintritt, die sieben bis neun Größenordnungen über den Stromwerten liegen, mit denen im praktischen Betriebe gearbeitet wird. Diese enorme Reserve

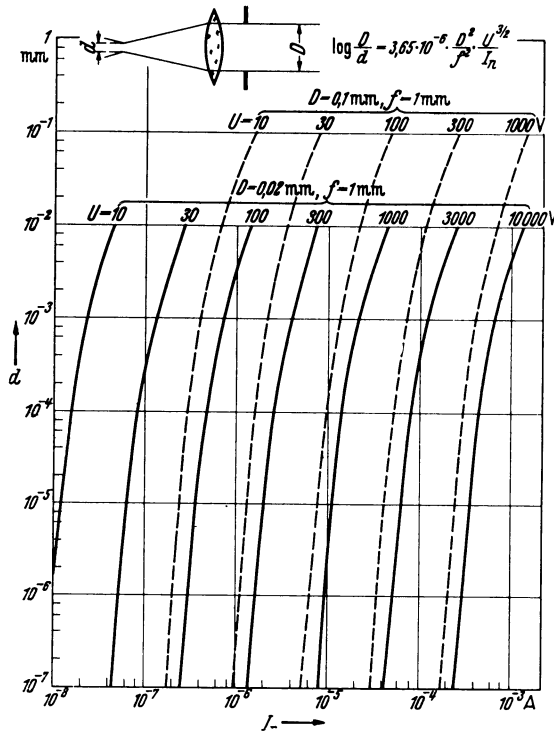


Abb. 66. Die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch Raumladung in der Sondenspitze.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Beitrag zur Konstruktion von BRAUNschen Röhren mit Hochvakuum für Fernseh- und Meßzwecke. Z. Hochfrequenztechn. Bd. 44 (1934) Heft 5 S. 168.

gerade an dieser Stelle des Strahlenganges ist deswegen von Bedeutung, weil nicht alle Elektronen an der Auftreffstelle Geschwindigkeiten von der Höhe der Beschleunigungsspannung aufweisen. Hier sei vorweggenommen, daß Störungen durch Objektaufladung selbst bei den sehr viel höheren Strömen einer fernsehmäßigen Wiedergabe beim Rastermikroskop bisher experimentell nicht festgestellt werden konnten.

Die Abb. 66 gestattet auch Teilbetrachtungen über den Raumladungseinfluß in der Nähe des Objektes bei dem normalen Elektronenmikroskop. Nur sind hierbei natürlich nicht die Gesamtströme des Elektronenmikroskopes, sondern

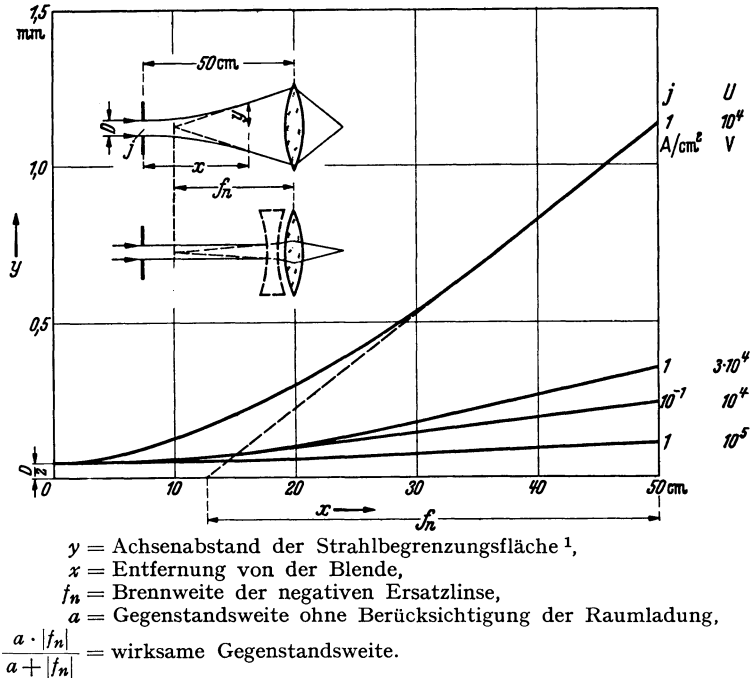


Abb. 67. Hilfskurven zur Bestimmung des Raumladungseinflusses auf der Gegenstandsseite der ersten Verkleinerungsstufe.

nur jene Stromanteile einzusetzen, die auf den Durchmesser des einzelnen Bildelementes entfallen. Die Umkehrung des Strahlenverlaufes ist an der genannten Stelle des Strahlenganges ohne Einfluß auf die mathematische Behandlung des Fehlers. Vorstehende Teilbetrachtung ist theoretisch nur für achsennahe Bildelemente zulässig, mit denen jedoch unter den Verhältnissen der Elektronenmikroskope nur gerechnet zu werden braucht.

Ein weiterer Raumladungseinfluß tritt auf der Gegenstandsseite der Verkleinerungsoptiken bei der Sondenherstellung ein (analog und entsprechend auf der Bildseite bei dem Elektronenmikroskop). Dieser Raumladungseinfluß, der nur auf der Gegenstandsseite der ersten Verkleinerungsoptik merkbar sein könnte, führt im wesentlichen zu einer Vergrößerung der gegenstandsseitigen Apertur und zu einer geringen Verkleinerung der Gegenstandsweite. Die letztere läßt sich durch Einführung einer negativen Ersatzlinse vor dem Objektiv abschätzen. Die Brennweite der Ersatzlinse kann aus den Kurven Abb. 67 für den idealisierten Fall eines parallelen Anfangsstrahles abgelesen werden. Die Darstellung

<sup>1</sup> Nach E. E. WATSON: Phil. Mag (7) 3 S. 849 und M. KNOLL u. E. RUSKA: Ann. Phys., Lpz. 12 (1932) S. 604.

berücksichtigt nur die Randstrahlen. Für die weiter innen verlaufenden Elektronenbahnen nimmt der Betrag der negativen Brennweite zu. Dieser Unterschied bedingt einen Abbildungsfehler. Da die Verkürzung der Gegenstandsweite bei praktisch gegebenen Stromdichten bereits für die Randstrahlen prozentual wesentlich geringer ist, als in Abb. 67 dargestellt, führt dieser Fehler nur zu einer minimalen Streuung des Verkleinerungsverhältnisses und damit zu einer unmerklichen Vergrößerung des abgebildeten Querschnittes.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß ebenso wie bei dem Elektronenmikroskop auch bei den Elektronensonden-Mikroskopen eine merkliche *Begrenzung des Auflösungsvermögens durch Raumladungseinflüsse nicht eintritt.*

### 3. Der Öffnungsfehler.

Für den Öffnungsfehler und die durch ihn und den Beugungsfehler bedingte Grenze des Auflösungsvermögens gilt bei dem Elektronen-Rastermikroskop und dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop das in Abschnitt B II 3c Gesagte. Hierbei ist ebenso wie früher vorausgesetzt, daß Intensitätsfragen bei der Fehlerbetrachtung unberücksichtigt bleiben können. In welchen Grenzen dies bei den Elektronensonden-Mikroskopen zulässig ist, wird in einem späteren Abschnitt gezeigt werden.

Bei dem Elektronen-Schattenmikroskop tritt an die Stelle des sphärischen Abbildungsfehlers eine durch die Kaustik hervorgerufene Verzeichnung, denn für parallel in die letzte Verkleinerungslinse einfallende Strahlung wird jeder Objektpunkt nur von einem Abbildungsstrahl durchsetzt. Infolgedessen bleibt die sphärische Aberration ohne Einfluß auf die Bildschärfe. Die im allgemeinen tonnenförmige Verzeichnung ist abhängig von dem Abstand Objekt-Spitze der Kaustik. Durch sie wird für ein bestimmtes Öffnungsverhältnis der das Gesichtsfeld festlegende Bildwinkel begrenzt, wenn z. B. eine Maßstabsänderung von 1:2 (entsprechend  $\Delta f = g$ ) als höchstzulässig angesehen wird. Für dieses größte Öffnungsverhältnis wird der Beugungsfehler etwa gleich dem Beugungsfehler der anderen Elektronenmikroskope<sup>1</sup>, so daß in den unten gebrachten Tabellen sich eine Sonderbehandlung des Elektronen-Schattenmikroskopes sich erübrigt.

### 4. Der chromatische Fehler.

Der einfache chromatische Fehler und die beiden chromatischen Auslenkfehler haben bei den Sondenmikroskopen durch den Fortfall des Einflusses der Geschwindigkeitsverteilung bei Elektronenstreuung im Objekt und in der Objektträgerfolie nur untergeordnete Bedeutung. Die Größe des durch Spannungsschwankungen (außer bei elektrostatischen Linsen mit großer Mittelelektrodenöffnung) verursachten chromatischen Fehlern folgt aus Abb. 39 und dem dieser Abbildung zugeordneten Text.

### 5. Der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung.

Bei Anordnung der zu untersuchenden Objektelemente an der Oberfläche der Objektschicht, wie dies die schön besprochene Abb. 61 A zeigt, kann der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung für den Fall des Vakuumbetriebes vernachlässigt werden. Bei der Beobachtung innerer Objektschichten besteht beim Rastermikroskop und beim Elektronen-Schattenmikroskop genau die gleiche Sachlage wie bei dem normalen Elektronenmikroskop. Die Kurven Abb. 44 geben quantitative Unterlagen über die Größe dieses Fehlers. *Auch mit dem*

<sup>1</sup> SCHERZER, O.: Das theoretisch erreichbare Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskops. Z. Phys. Bd. 114 (1939) Heft 7/8 S. 427.



*Rastermikroskop* und dem *Elektronen-Schattenmikroskop* wird man nur solche Objektschichten von Objektschnitten mit voller Schärfe untersuchen können, die innerhalb der Streuschärfentiefe liegen. Unvermeidbar ist dieser Fehler auch bei Untersuchung an der Oberfläche gelegener Schichten, wenn Objekte beobachtet werden sollen, die sich an Luft befinden. Die räumliche Streuung im Lenard-Fenster bedingt hier eine unüberwindliche Grenze, die jedoch bei dem schon genannten Minimalwert für die Lenard-Fensterdicke in einer Größenordnung liegt, die noch durchaus in Kauf genommen werden kann.

Bei dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop tritt ebenfalls eine räumliche Elektronenstreuung in die Erscheinung, und zwar in der Oberflächenschicht der Antikathode. Hier bewirkt der Streuvorgang, der z. B. durch Herbeiführung kleiner Elektroneneindringtiefe klein zu halten ist, eine Zunahme des Durchmessers der Strahlungsquelle. Dagegen findet eine räumliche Streuung der Strahlung in der Objektschicht nicht statt, da die Röntgenstrahlen sich geradlinig fortpflanzen. Das Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop dürfte daher besonders für die Untersuchung von Objekten ungewöhnlich großer Massendicke in Frage kommen.

## 6. Der Fehler durch magnetische Störfelder.

Die Sondenmikroskope besitzen gegen solche magnetischen Feldstärkenänderungen, deren mittlere Periode kleiner ist als die Integrationszeit für das Bildelement oder Schattenbild, etwa die gleiche Empfindlichkeit wie das Elektronenmikroskop. Für die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch Wechselfelder gilt daher das in Abschnitt B II 6 Gesagte. Die Fehlergröße selbst ist aus der diesem Abschnitt zugeordneten Abb. 45 unter Umrechnung auf den benutzten Anodenspannungswert und die gegebene Objektivbrennweite zu entnehmen. Ist beim Rastermikroskop die mittlere Periode der Feldstärkenschwankung groß gegen die Integrationszeit — dieses ist beispielsweise fast immer zutreffend für die langsamen Schwankungen des erdmagnetischen Feldes —, so ist nicht eine Unschärfe, sondern eine Verzerrung der Bildstruktur die Folge. Diese Verzerrung ist ebenso wie die Verringerung des Auflösungsvermögens bei dem normalen Elektronenmikroskop durch hervorragende magnetische Abschirmung der empfindlichen Zonen des Strahlenganges zu vermeiden.

## 7. Der Gesamtfehler.

Unter den Annahmen der Tabelle I, die in allen wesentlichen Größen übereinstimmen mit den Annahmen der analogen Tabelle im Abschnitt B II 7, ergeben sich die in den Tabellen II und III zusammengestellten Einzel- und Gesamtfehler.

Ein Vergleich der Tabelle II mit der Tabelle III in Abschnitt B II 7 ist besonders aufschlußreich, da in beiden Fällen die Untersuchung eines  $5 \cdot 10^{-4}$  mm starken Mikrotomschnittes zugrunde gelegt ist. Werden die beim normalen Elektronenmikroskop mit günstigster Objektivöffnung erhaltenen Gesamtfehler zum Vergleich herangezogen, so zeigt sich, daß bei den höheren Anodenspannungswerten der Unterschied im Auflösungsvermögen überraschend klein ist. Jedenfalls liegt die theoretische Mehrleistung bei Durchstrahlungsbeobachtung von Objekten in einer Größenordnung, daß es sich in solchem Falle nicht lohnen dürfte, die größeren Einstellungs- und Bedienungsschwierigkeiten und die viele Größenordnungen längeren Belichtungszeiten der Sondenmikroskope in Kauf zu nehmen. Bei Beobachtung von Objektoberflächen in Aufsicht und auch an Luft müssen, wenn ein hohes Auflösungsvermögen verlangt wird, diese Nachteile ertragen werden, weil für diese Beobachtungsarten andere Wege nicht bestehen.

Tabelle I. Annahmen für verschiedene Betriebsarten.

$f$	Brennweite des magnetischen Objektivs . . . . .	2 mm
$h$	Linsenfeldapertur-Faktor . . . . .	3
$D$	wirksame Objektivöffnung . . . . .	$10^{-2}$ mm
$D/f$	Öffnungsverhältnis . . . . .	$5 \cdot 10^{-3}$
$\Delta U/U$	Schwankungsverhältnis . . . . .	$10^{-4}$
$\Delta x_1 + \Delta x_2$	Dicke von Trägerfolie und Objektschnitt . . . . .	$\ll$ Eindringtiefe
$\Delta x_3$	Dicke des Objektschnittes (spez. Gew. 1) . . . . .	$5 \cdot 10^{-4}$ mm
$\Delta x_4$	Minimaldicke eines Lenard-Fensters (spez. Gew. 1,6) . . . . .	$5 \cdot 10^{-5}$ mm

Ausgebildete Objektschicht stets nahe der dem Objektiv zugewandten Oberfläche.

Tabelle II. Sondenschärfe; Objektoberflächenbeobachtung in Durchsicht oder Aufsicht beim Rastermikroskop.

Eigenschaften	$U = 10^4$ mm	$5 \cdot 10^4$ mm	$10^5$ V mm
Beugungsfehler . . . . .	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Raumladungsfehler . . . . .	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Öffnungsfehler . . . . .	$10^{-6}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$
Chromatischer Fehler . . . . .	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$
Chromatischer Auslenkfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Störfeldfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Auflösungsvermögen . . . . .	$d = 2,7 \cdot 10^{-6}$	$1,5 \cdot 10^{-6}$	$1,4 \cdot 10^{-6}$

Tabelle III. Beobachtung einer an Luft befindlichen Objektoberfläche beim Rastermikroskop.

Eigenschaften	$U = 10^4$ mm	$5 \cdot 10^4$ mm	$10^5$ V mm
Beugungsfehler . . . . .	$2,5 \cdot 10^{-6}$	$10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-7}$
Raumladungsfehler . . . . .	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$	$< 10^{-7}$
Öffnungsfehler . . . . .	$10^{-6}$	$10^{-6}$	$10^{-6}$
Chromatischer Fehler . . . . .	$5 \cdot 10^{-7}$	$10^{-7}$	$10^{-7}$
Chromatischer Auslenkfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Streufehler . . . . .	$2 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-6}$
Störfeldfehler . . . . .	unbestimmt	unbestimmt	unbestimmt
Auflösungsvermögen . . . . .	$d = 2 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$	$2,5 \cdot 10^{-6}$

Die vorstehenden Tabellen für die Einzel- und Gesamtfehler der Sondenmikroskope unter verschiedenen als Beispiele vorausgesetzten Arbeitsbedingungen sind *theoretische* Abschätzungen. Zum Vergleich dieser Tabellen mit den entsprechenden Tabellen des Abschnittes B II 7 ist zu berücksichtigen, daß es bei den Sondenmikroskopen aus experimentellen Gründen sehr viel schwieriger ist, systematisch die günstigsten Verhältnisse einzustellen als bei dem normalen Elektronenmikroskop.

### 8. Die Grenzen für die Kontraststeuerung.

Die quantitativen Unterlagen für die Beurteilung der Verhältnisse, die die Kontraststeuerung durch das Gegenstandselement bestimmen, finden sich in dem Abschnitt B II 8 und insbesondere in den zugeordneten Abb. 48 und 49. Für größere Auffangaperturen, die bei dem *Rastermikroskop* möglich sind, ist zu beachten, daß eine Verflachung der Kurven für die Intensitätsmodulation durch räumliche Elektronenstreuung gegeben ist, sobald die Streuwinkel nicht mehr klein gegen  $90^\circ$  sind. Bei sehr großen Streuwinkeln, das heißt wenn die Objektschichtdicke sich dem Wert der Eindringtiefe nähert, tritt an die Stelle der

Intensitätssteuerung durch Elektronenstreuung die Intensitätsmodulation durch Absorption. Das Rastermikroskop gestattet daher noch in denjenigen Bereichen der Kurven Abb. 48 zu arbeiten, in denen das normale Elektronenmikroskop mit Rücksicht auf den chromatischen Fehler nicht mehr arbeitsfähig ist. Beispielsweise konnte, ohne Anwendung einer Aperturblende der Auffangvorrichtung, durch  $0,3 \mu$  starke Bakterien, die auf einer Kollodiumhaut aufgetrocknet waren, bei  $15000 \text{ V}$  eine fast völlige Aussteuerung der Gradationskurve der photographischen Schicht erreicht werden, während bei  $20000 \text{ V}$  und genau dem gleichen Objekt die Schwärzungsunterschiede kaum erkennbar waren. *Durch Bemessung des Aperturwertes der Auffangvorrichtung und durch Bemessung der*

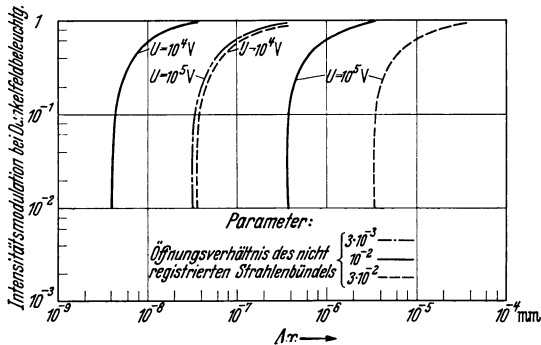


Abb. 68. Intensitätsmodulation durch räumliche Elektronenstreuung bei Dunkelfeldbeleuchtung als Funktion der Objektdicke  $\Delta x$ . (Objekt nicht gefärbt, Material Aluminium.)

*Beschleunigungsspannung hat man es bei dem Rastermikroskop in der Hand, sich auszuwählen, ob der Intensitätsmodulation durch die Elektronenstreuung oder durch die Elektronenabsorption der Vorzug gegeben wird.* In den meisten Fällen dürfte der Betrieb mit höheren Anodenspannungen und Streumodulation vorzuziehen sein, weil der Fehler durch räumliche Elektronenstreuung kleinere Werte annimmt.

Bei dem *Elektronen-Schattenmikroskop* kommt die Kontraststeuerung ebenfalls durch Streuung

oder Absorption zustande. Gegenüber dem Rastermikroskop besteht der große Vorteil, daß eine besondere Registrierblende nicht erforderlich ist, weil die Gesichtsfeldbegrenzung des Endbildes zugleich als Registrierblende wirkt. Theorie und Zahlenwerte für die Kontraststeuerung durch Streuung beim Elektronen-Schattenmikroskop sind die gleichen wie bei dem normalen Elektronenmikroskop.

Bei dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop findet die Kontraststeuerung allein durch Absorption der Röntgenstrahlung statt. Die letztere hängt bei gegebener Massendicke der Objektschicht von der Wellenlänge der Röntgenstrahlung ab. Um ausreichende Kontraste bei  $10^{-3}$  bis  $10^{-2} \text{ mm}$  dicken Objektschichten zu erzielen, sind daher die Erregungsbedingungen der Röntgenstrahlen so zu variieren, daß eine äußerst weiche Röntgenstrahlung entsteht. Hierdurch wird zugleich die Forderung geringer Eindringtiefe der Elektronen in die Antikathode erfüllt. Die Verhältnisse bei der Kontraststeuerung beschränken das Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop in erster Linie auf die Untersuchung von metallischen Objekten.

Bei dem Rastermikroskop ist eine künstliche Verstärkung des Kontrastes auf Kosten der Intensität theoretisch möglich. Diese *Kontrastverstärkung* kann in wirksamer Weise dann erfolgen, wenn zwischen Auffangvorrichtung und Schreibvorrichtung Verstärker geschaltet werden, die nur den Wechselstromanteil, nicht aber den Gleichstromanteil der aufgefangenen Elektronenströmung verstärken. Interessant ist, daß auch bei der Modulation durch Streuung und ohne Wechselstromverstärker eine Kontrastverstärkung auf Kosten der Intensität möglich erscheint. Hierzu muß die Auffangfläche nach Art der Dunkel-feldbeleuchtung so bemessen werden, daß nur die durch das Objektelement zusätzlich gestreuten Elektronen registriert werden. Diese Verhältnisse werden durch die Modulationskurven Abb. 68 veranschaulicht, die eine gute Zentrierung der ringförmigen Auffangfläche im Mikroskop zur Voraussetzung haben.

Zu erwähnen ist, daß bei dem Arbeiten mit Dunkelfeld Gegenphasigkeit von Streumodulation und Absorptionsmodulation besteht. Die letztere ist daher klein zu halten, eine Bedingung, die praktisch mit einer günstigen Lage des Arbeitspunktes auf der Streukurve zu vereinen ist.

Für diese Darstellung gilt der gleiche Kommentar, der oben im Zusammenhang mit Abb. 49 gegeben wurde. Wird die wahre Intensitätsverteilung der Streuung berücksichtigt, so verlaufen die Kurven etwa unterhalb des Ordinatenwertes 0,2 nicht so steil ansteigend. Jedoch bleibt die Steilheit in diesen Bereichen ausreichend groß, um noch eine Kontrastverstärkung zu ermöglichen.

Wie weit eine künstliche Kontrastverstärkung auf Kosten der Intensität zulässig ist, hängt von der Empfindlichkeit der Indikationsmittel und der Intensität der Elektronensonde ab. Über die quantitativen Zusammenhänge zwischen Intensität und Auflösungsvermögen gibt der folgende Abschnitt Auskunft.

### 9. Intensitätsfragen und Auflösungsvermögen.

Bisher wurde vorausgesetzt, daß die Intensität der Elektronensonde genügt, um trotz des stets vorhandenen Schwankungspegels (Zusammensetzung der Elektronenströmung aus Elementarquanten, Dunkelstromschrotpegel von Sekundäremissionsverstärkern, Wärmegeräuschpegel von Widerständen und Verstärkerröhrenrauschen) eine sichere und ausreichend umfangreiche Steuerung der Kontrastwerte zu ermöglichen. Wie weit es gelingt, diese Voraussetzung zu erfüllen, hängt von der spezifischen Emission der Kathode, von dem Aperturwert der Elektronenstromquelle, von dem den Tabellen zugrunde gelegten Öffnungsverhältnis der letzten Verkleinerungsoptik einerseits, sowie von der meist durch den

$$I_n = \left(\frac{A_n}{A_0}\right)^2 \cdot V^2 \cdot I_0 = \left(\frac{A_n}{A_0}\right)^2 \cdot \frac{\pi}{4} d_n^2 \cdot j_0$$

$A_0$  = Apertur der Elektronenstromquelle,  
 $I_0$  = Anfangsstrom, emittiert in den zu  $A_0$  gehörigen Raumwinkel,  
 $j_0$  = Stromdichte der Kathode,  
 $A_n$  = bildseitige Apertur der n. Verkleinerungslinse,  
 $I_n$  = Strahlstrom durch die n. Linse,  
 $d_n$  = Auflösungsvermögen der n. Linse,  
 $V = V_1 \cdot V_2 \dots V_n = \frac{b_1}{a_1} \cdot \frac{b_2}{a_2} \dots \frac{b_n}{a_n}$  = Gesamtverkleinerung.

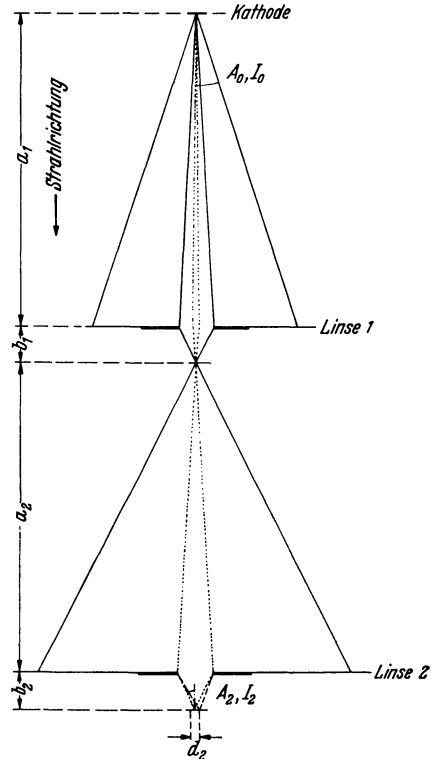
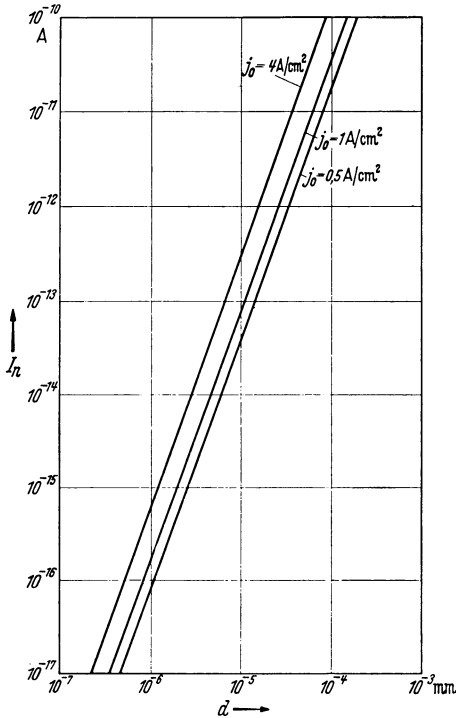


Abb. 69. Strahlstrom und Auflösungsvermögen.

Schwankungspegel bestimmten Grenzempfindlichkeit der Indikationseinrichtung und der auf das Bildelement entfallenden Integrationszeit andererseits ab. Bei Bildern mit geringer Bildpunktzahl, die trotzdem bei entsprechend kleinem Ausschnitt aus der Objektfläche das volle Auflösungsvermögen wiedergeben, können die Integrationszeiten so groß gehalten werden, daß weder bei Durchstrahlungs-, noch bei Aufsichtsbetrieb (Rastermikroskop)

eine Begrenzung des Auflösungsvermögens aus Intensitätsgründen stattfindet. Dagegen haben bei Bildern von der Güte moderner Fernsehbilder (160000 Bildpunkte) die Intensitätsfragen schon im Hinblick auf die Zunahme der Belichtungszeiten erhebliche Bedeutung.



$$I_n = \frac{\pi}{4} \left( \frac{A_n}{A_0} \right)^2 \cdot j_0 d^2.$$

$$\text{Annahmen: } A_n = \frac{1}{2} \cdot \left( \frac{d}{0,35 k^2 f} \right)^{1/3}$$

$$k = f/D_P = 3, \quad f = 2 \text{ mm}, \quad A_0 = 2 \cdot 10^{-2}.$$

Abb. 70. Zusammenhang zwischen Strahlstrom und Auflösungsvermögen für verschiedene spezifische Kathodenemissionen.

### a) Die Intensität der Elektronensonde.

Die für die Intensität der Elektronensonde maßgebende Beziehung, die in einfacher Weise aus der Theorie von Elektronenstrahlröhren hergeleitet ist, findet sich in Abb. 69 angegeben und durch eine schematische Darstellung erläutert. Durch Einsetzen der in Abb. 35 gebrachten Formel für den Öffnungsfehler in diese Beziehung gelangt man im Falle eines magnetischen Objektivs zu der zusammenfassenden Abb. 70<sup>1</sup>. Diese Abbildung zeigt, daß für die angegebenen, der Praxis entnommenen Parameter die oben erwähnte Voraussetzung als erfüllt angesehen und das Intensitätsproblem vernachlässigt werden kann, wenn für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  mm ein Elektronenindikator zur Verfügung steht, der durch einen Elektronenstrom von  $10^{-13}$  A einen ausreichenden Helligkeits- oder Schwärzungsumfang sicherstellt. Bei einem Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm verringert sich dieser Stromwert auf  $2 \cdot 10^{-16}$  A. Daß verschiedene bekannte Elektronenindikatoren die nach vorstehenden Ausführungen erforderliche Empfindlichkeit bei auf das Bildelement bezogenen Integrationszeiten der Größenordnung  $10^{-2}$  bis 1 s aufweisen, wird im folgenden Abschnitt gezeigt.

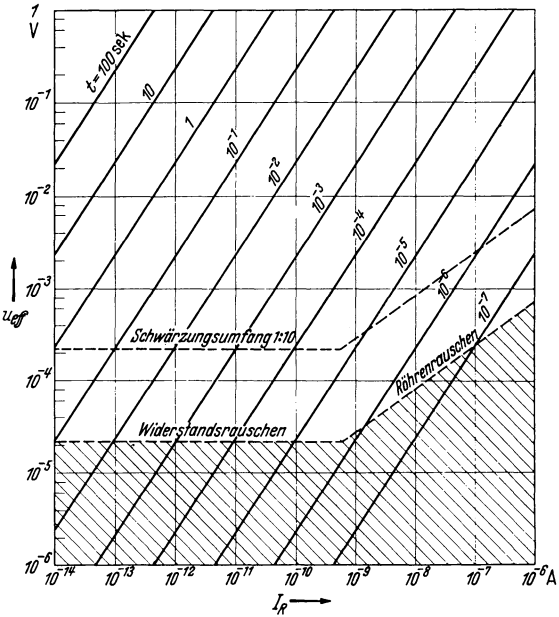
### b) Verschiedene Elektronenindikatoren und ihre Grenzempfindlichkeit.

Zur Bestimmung der Zahl bzw. der Energie der durch die Objektstruktur gesteuerten Elektronen kommen beim Rastermikroskop mit seiner Bildzerlegung grundsätzlich alle bekannten Elektronenindikatoren in Frage, dagegen bei dem Schattenbildprinzip nur die photographische Methode. Beispielsweise könnten beim Rastermikroskop *Fangelektrodenanordnungen in Verbindung mit Elektronenröhrenverstärkern*, bildtelegraphischen Empfängern oder Elektronenstrahlbildschreibenanordnungen benutzt werden. Für diese Indikationsart ist in Abb. 71 eine Darstellung gegeben, die Auskunft über die Abhängigkeit der für das Bildelement erforderlichen Integrationszeit von dem Strom der Elektronensonde gibt. In der Ordinate der Abb. 71 sind die an dem Blindwiderstand der schädlichen Gitterkapazität der ersten Verstärkerstufe entstehenden Signalspannungen in Volt angegeben. Der in der Darstellung vorgesehene Kapazitäts-

<sup>1</sup> Bei anderen Werten von  $k$  ändert sich der Sondenstrom  $I_n$  in Abhängigkeit von  $d$  um den Faktor  $1/k^{4/3}$ .

wert von nur  $3 \mu\mu\text{F}$  ist bei Anwendung von Dezimeterwellen-Knopfröhren und entsprechend kleinen Auffangelektroden (Größe der erforderlichen Auffangfläche kleiner als  $1 \text{ mm}^2$ ) praktisch zu verwirklichen. Die Linien  $u_{\text{eff}} = f(I_R)$  ergeben die Signalspannungen für die verschiedenen Integrationszeiten des Bildelementes. Beispielsweise erzeugt ein Sondenstrom von  $10^{-13} \text{ A}$  bei einer Integrationszeit von  $10^{-1} \text{ s}$  eine Signalspannung von  $2 \cdot 10^{-4} \text{ V}$ . Diese Signalspannung liegt um einen Faktor 10 höher als der für diese Integrationszeit gegebene Schwankungspegel, so daß ein ausreichender Kontrastumfang gerade noch gesichert ist. Die Größe des Schwankungspegels bei optimaler Ausgestaltung der Verstärkungseinheiten berechnet sich auf Grund bekannter Beziehungen der Fernsehverstärkertechnik<sup>1</sup>, die zugleich auch alle Gesichtspunkte für die Ausgestaltung der Verstärker liefert. Im besonderen ist mit Rücksicht auf den Schwankungspegel darauf zu achten, daß die obere Frequenzgrenze des Verstärkers nicht höher liegt als eine Frequenz von der Periodendauer der Integrationszeit. Die infolge des Widerstandsrauschens und Röhrenrauschens praktisch nicht realisierbaren Gebiete der Darstellung Abb. 71 sind schraffiert gezeichnet. Eine weitere Kurve zeigt die für die Praxis maßgebende Grenze für die Spannungswerte bei dem Kontrastumfang 1 : 10. Für einen Sondenstrom von  $10^{-14} \text{ A}$  muß die Integrationszeit auf 1 s gebracht werden, damit ein Kontrastumfang 1 : 10 gesichert bleibt. Diese Zahlenwerte entsprechen etwa der Grenzempfindlichkeit der mit Röhrenverstärkern arbeitenden Anordnungen. Man erkennt, daß die Empfindlichkeit für ein höheres Auflösungsvermögen nicht mehr ausreicht und daß keineswegs eine Empfindlichkeitsreserve im Hinblick auf eine nachträgliche Kontrastverstärkung bei normalen Röhrenverstärkern besteht.

Eine physikalisch andere und günstigere Sachlage besteht bei Anwendung mehrstufiger Sekundäremissionsverstärker, bei denen der in dem Beispiel das Ergebnis bestimmende Rauschpegel durch das Widerstandsrauschen völlig fortfällt. Da Sekundäremissionsverstärker komplizierte Gebilde darstellen, deren Kathodenoberflächen in den üblichen Ausführungsformen gegen zeitweisen Zutritt von Luft empfindlich sind, kommt es in Frage, die erste Kathode des Sekundäremissionsverstärkers durch ein Lenard-Fenster (Durchmesser z. B. 0,1 mm) vom Objektraum zu trennen. Falls, wie bei der Aufsichtsbeobachtung, sehr langsame Elektronen nachgewiesen werden sollen, muß jedoch der



$$u_{\text{eff}} \approx I_R \cdot R = \frac{1}{4\pi} \frac{I_R \cdot t}{C}, \quad R = \frac{t}{4\pi C}$$

C = Kapazität des Fangelektrodenkreises.  
Annahme:  $C = 3 \mu\mu\text{F}$ .

Abb. 71. Signalspannung in Abhängigkeit von Registrierstrom  $I_R$  und Integrationszeit  $t$  pro Bildelement.

1 Vgl. z. B. die entsprechenden Abschnitte in dem Buch F. SCHRÖTER: VDE-Vortragsreihe, Fernsehen. Berlin: Julius Springer 1937.

Eine physikalisch andere und günstigere Sachlage besteht bei Anwendung mehrstufiger Sekundäremissionsverstärker, bei denen der in dem Beispiel das Ergebnis bestimmende Rauschpegel durch das Widerstandsrauschen völlig fortfällt. Da Sekundäremissionsverstärker komplizierte Gebilde darstellen, deren Kathodenoberflächen in den üblichen Ausführungsformen gegen zeitweisen Zutritt von Luft empfindlich sind, kommt es in Frage, die erste Kathode des Sekundäremissionsverstärkers durch ein Lenard-Fenster (Durchmesser z. B. 0,1 mm) vom Objektraum zu trennen. Falls, wie bei der Aufsichtsbeobachtung, sehr langsame Elektronen nachgewiesen werden sollen, muß jedoch der

<sup>1</sup> Vgl. z. B. die entsprechenden Abschnitte in dem Buch F. SCHRÖTER: VDE-Vortragsreihe, Fernsehen. Berlin: Julius Springer 1937.

Verstärker mit Spezialekathoden größerer chemischer Beständigkeit, beispielsweise Berilliumbronze (Verstärkungsfaktor  $\approx 3,5$ ) ausgerüstet und ohne Zwischenschaltung eines Lenard-Fensters in den Vakuumraum eingebaut werden. — Die Grenzpempfindlichkeit des Sekundäremissionsverstärkers ist bei guter Elektrodenentgasung und gutem Vakuum durch die Größe des Dunkelstromes der Auffangkathoden bedingt, und zwar muß der über den Sondenstrom in der Auffangkathode ausgelöste Sekundärstrom etwa 10mal so groß sein wie der Dunkelstromwert. Ist dieser Bedingung genügt, so spielt die für das einzelne Bildelement gegebene Abtastzeit keine Rolle, bis die Zeiten so kurz werden, daß die *Zusammensetzung des Sondenstromes aus den Elementarquanten* sich störend bemerkbar macht. Bei Sondenströmen von beispielsweise  $10^{-14}$  A dürfte dieses von Bildelementzeiten unter  $10^{-3}$  s ab der Fall sein. Dieser Mindestwert für die Elementabtastzeit würde immerhin schon eine fortlaufende Sichtbarmachung von Objektzeilen gestatten. — Bei dem Arbeiten an der durch die statistischen Schwankungen gegebenen Grenze wird an die Ausgangsseite des Sekundäremissionsverstärkers parallel zum Kopplungswiderstand eine Kapazität zu schalten sein, die die Zeitkonstante dieses Gliedes auf einen Wert einzuregulieren gestattet, der gerade noch klein gegenüber der Elementabtastdauer, dagegen groß gegenüber der mittleren Periode der Schwankungserscheinungen ist. — Der *Dunkelstrom einer Sekundäremissionskathode* hängt ab von der Art der benutzten Photoschicht (Lage ihrer langwelligen Grenze, von der Größe ihrer Fläche und ihrer Temperatur). Aus einer Arbeit von R. SCHULZE<sup>1</sup> folgt, daß bei Anwendung der ohnehin zweckmäßigen, nicht bis in das Infrarotgebiet sensibilisierten Kathoden (Berilliumbronze) und unter praktisch gegebenen und realisierbaren Verhältnissen ( $T \approx 20^\circ$  C) mit einem Dunkelstromwert von weniger als  $10^{-17}$  A/mm<sup>2</sup> gerechnet werden kann. Im Hinblick auf Dunkelstrom und Gasrauschen ist die Anwendung einer sehr kleinen Auffangfläche in der ersten Stufe des Sekundäremissionsverstärkers für die Grenzpempfindlichkeit dieser Auffangmethode vorteilhaft. In den folgenden Stufen eines Sekundäremissionsverstärkers können die Flächen allmählich im Verhältnis der sich ergebenden Spannungsverstärkung vergrößert werden. Eine Grenze für die Auffangfläche ist gegeben durch die Größe des Zerstreuungskreises des Sondenstrahles in der Ebene der Auffangfläche. Praktisch wird bei dem Sekundäremissionsverstärker die wirksame Auffangfläche nicht unter die Größenordnung von etwa 0,1 mm<sup>2</sup> zu senken sein. Die Grenzpempfindlichkeit der Anordnungen mit Sekundäremissionsverstärker liegt etwa bei  $10^{-16}$  bis  $10^{-17}$  A. Bei dem Arbeiten mit geeignet ausgebildeten Sekundäremissionsverstärkern als Auffangvorrichtung dürfte somit schon eine erhebliche Reserve gegeben sein.

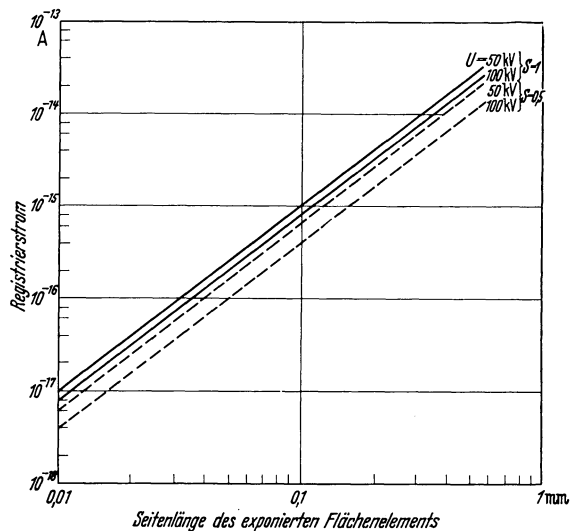
Wird auf eine bildmäßige Sichtbarmachung der Objektstruktur verzichtet und soll das Objekt punktweise und dafür mit besonders großem Auflösungsvermögen abgetastet werden, so kommen Zählrohranordnungen nach GEIGER für die Sondenstrommessung in Frage oder auch Elektrometeranordnungen, bei denen dann der Spannungsanstieg an der hochisolierten Kapazität der Auffangelektrode in bestimmten Zeiträumen zu messen wäre.

Während die bisher untersuchten Indikatoren bei entsprechender konstruktiver Einfügung der Auffangfläche in das Objektivobjektsystem sowohl für Durchstrahlungs- als auch für Aufsichtbeobachtung geeignet sind, kommt die schon im Kapitel A V 2 besprochene *photographische Methode* praktisch nur im Falle einer Objektdurchstrahlung in Frage. Beim Schattenbildprinzip ist, wie erwähnt allein die photographische Indikation möglich. Die Anwendung photographischer Schichten zur Intensitätskontrolle bei dem Durchsicht-Raster-

<sup>1</sup> SCHULZE, R.: Erklärungsversuch des Dunkelstromes der Alkalizellen als Glühelktronenstrom. Z. Phys. Bd. 90 Heft 1/2 S. 66, Abb. 4.

mikroskop bringt, wie gleichzeitig von B. v. BORRIES und dem Verfasser erkannt wurde, besondere Vorteile. Sie bietet in geeigneten, relativ einfachen Anordnungen die Möglichkeit, unmittelbar ein Bild des zu untersuchenden Objektes zu erhalten. Praktisch wichtig ist, daß bei Anwendung der photographischen Registrierung der Aufwand für Verstärkereinrichtungen und steuerbare Lichtquellen in Fortfall kommt.

Quantitative Unterlagen über die Empfindlichkeit der photographischen Elektronenindikation finden sich bereits in dem zitierten Kapitel referiert. Eine Umrechnung der dort gebrachten Zahlenwerte auf die Parameter beim Betrieb des *Rastermikroskopes* liefert die Darstellung Abb. 72. Man erkennt, daß die Empfindlichkeit in starkem Maße von der Seitenlänge des exponierten Flächenelementes abhängt. Die Grenze für diesen Wert wird durch das weiter unten (Kapitel E II) näher untersuchte Auflösungsvermögen der photographischen Schicht bestimmt. Die Annäherung an diese Grenze hängt bei gegebener räumlicher Elektronenstreuung davon ab, ob konstruktiv hinreichend kleine Abstände zwischen Objektschicht und bewegter photographischer Schicht erreichbar sind. Praktisch konnte bei einem Abstand Objektschicht-photographische Schicht von etwa 0,6 mm auch bei Absorptionsmodulation ein mittlerer Schreibfleckdurchmesser von nur 0,02 mm erhalten werden. Das diesem Schreibfleck zugeordnete Bildformat hat Briefmarkengröße. Bei einer Seitenlänge des exponierten Flächenelementes von 0,02 mm, bei einer Schwärzung von  $S=0,5$  und einer Anodenspannung von etwa 50 kV muß, wie Abb. 61 zeigt, bei 1 s Integrationszeit der Rasterstrom  $2 \cdot 10^{-17}$  bzw. bei 0,01 s Integrationszeit  $2 \cdot 10^{-15}$  A betragen.



(Photographisches Material: Agfa-Isochromfilm.)

Abb. 72. Erforderlicher Strom bei photographischer Registrierung von Elektronen mit der Schwärzung  $S=1$  und  $S=0,5$  als Funktion der exponierten Fläche für die Belichtungszeit 1 s.

Auch für das *Elektronen-Schattenmikroskop* kann die Belichtungszeit aus der Sondenstromstärke und der Endbildgröße mit Hilfe der Abb. 52, die die Belichtungszeit als Funktion der Stromdichte angibt, abgeschätzt werden. Beispielsweise ergibt sich für einen Sondenstrom von  $10^{-13}$  A, entsprechend einem Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  mm, und 5 mm Endbilddurchmesser eine Belichtungszeit von etwa 20 s (Stromverluste durch Streuung in der Objektträgerfolie vernachlässigt). Der so berechnete Wert ist noch mit einem Faktor von etwa 0,1 zu multiplizieren, da die bei gleicher Bildelementzahl und gleichem Auflösungsvermögen verwendbare Öffnungsfläche des Objektivs etwa den 10fachen Wert aufweist, wenn eine Maßstabsänderung von 2:1 im Gesichtsfeld in Kauf genommen wird. Eine Überlegenheit des Schattenbildprinzips gegenüber dem Rasterbildprinzip besteht darin, daß die Anpassung der Auflösung im Endbild an das Auflösungsvermögen der photographischen Schicht ohne wesentliche konstruktive Schwierigkeiten gelingt.



Die vorstehenden Darstellungen und Betrachtungen zeigen, daß bei Objektdurchstrahlung eine kritische Begrenzung des Auflösungsvermögens aus Gründen der Elektronenintensität beim Rastermikroskop und beim Elektronen-Schattenmikroskop praktisch zwar noch nicht eintritt, aber auch keine wesentliche Intensitätsreserve zur Verfügung steht.

### c) Die Intensitätsverhältnisse bei Aufsichtsbeobachtung mit dem Rastermikroskop.

Eine zweckmäßige Lage der Auffangfläche gegenüber Objekt und Elektronensonde findet sich bereits in Abb. 60C für den Fall der Aufsichtsbeobachtung angegeben. Im vorausgegangenen Abschnitt wurde gezeigt, daß die Grenzempfindlichkeit von Auffanganordnungen mit Sekundäremissionsverstärkung wesentlich größer ist als diejenige von Einrichtungen mit Fangelektroden und

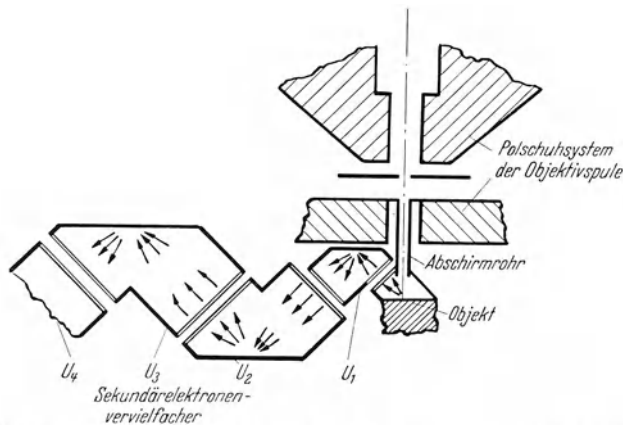


Abb. 73. Polschuhsystem in Verbindung mit Sekundärelektronen-Vervielfacher für Aufsichtsbeobachtung.

Röhrenverstärkern. Bei der Einfügung der ersten Stufen von Sekundäremissionsverstärkern in den Konstruktionsraum zwischen Objekt und der letzten Verkleinerungslinse besteht die Möglichkeit, entweder die Elektroden (Auffangkathode, Fokussierelektrode, erste Prallkathode usw.) rotationssymmetrisch mit der abgetasteten Objektzone als Mittelpunkt oder in normaler Ausführungsform<sup>1</sup> seitlich anzuordnen. Ein Ausführungsbeispiel für die zweitgenannte Bauart ist in Abb. 73 angedeutet. Da die Voltgeschwindigkeit der Sonderelektronen in der Regel sehr groß gegenüber den Beschleunigungsspannungen in Sekundäremissionsverstärkern (Größenordnung 200 V) ist, treten Rückwirkungen des ersten Beschleunigungsfeldes der Sekundäremissionsverstärker auf die Schärfe der Elektronensonde nicht ein. Lediglich eine schwache Verlagerung der Sonde dürfte bei der gezeichneten Ausführung gegeben sein. Dies ist jedoch ohne Bedeutung, da die Beschleunigungsspannung und daher auch die Lageänderung konstant bleibt. Im Sinne der Ausführungen des vorausgegangenen Abschnittes und auch um mit möglichst kurzen Brennweiten arbeiten zu können, sind die Elektroden der ersten Stufe mit möglichst kleinen Abmessungen auszuführen.

Auch bei „rein weißen“ Oberflächenelementen bleibt bei Aufsichtsbeobachtung der die Auffangfläche treffende Registrierstrom in den meisten Fällen erheblich unter dem Wert des Sondenstromes. Der Grund hierfür liegt darin, daß nur ein kleiner Teil der von dem Sondenstrom in der Objektschicht aus-

<sup>1</sup> Vgl. beispielsweise G. WEISS: Über Sekundärelektronen-Vervielfacher. Beiträge zur Elektronenoptik. Leipzig: Johann Ambrosius Barth 1937.

gelösten Sekundäremission als nutzbare Strahlung in den Raum vor der Objekt-oberfläche austritt. Die komplizierten Verhältnisse bei der Sekundäremissions-auslösung durch die Elektronensonde sind in Abb. 74 schematisch dargestellt. Die Sondenelektronen verursachen zunächst unmittelbar an der Oberfläche eine Sekundäremission, die *Eintritts-Oberflächensekundärstrahlung*, die als nutzbare Strahlung in den Raum vor der Objektschicht gelangt. Schon die Sekundär-emission aus etwas tiefer gelegenen Objektschichten, wo infolge der räumlichen Elektronenstreuung die Elektronensonde zugleich sich verbreitert, bleibt im Innern der Objektschicht stecken, denn die sekundär ausgelösten Elektronen

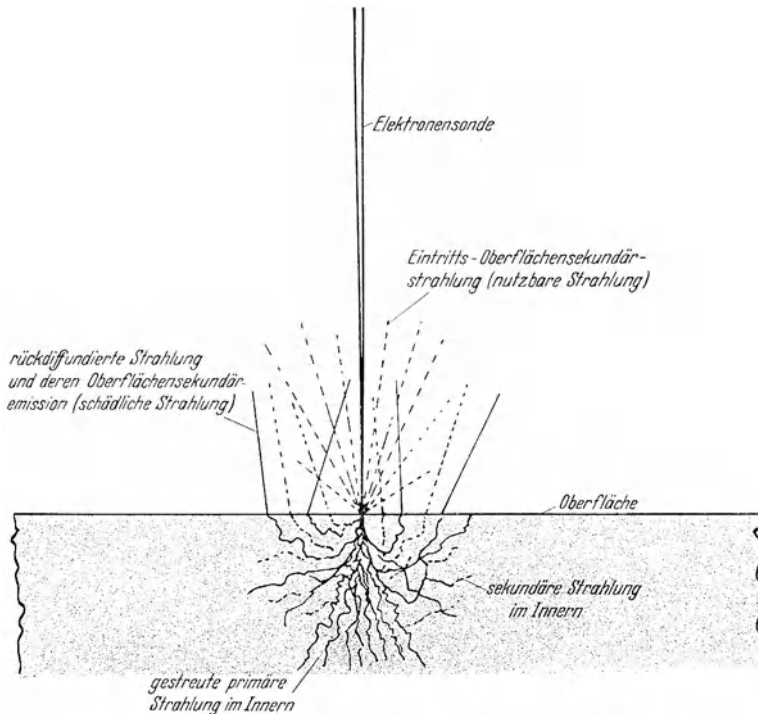


Abb. 74. Die verschiedenen Elektronenströmungen bei Aufsichtbeobachtung.

haben in der Regel Geschwindigkeiten unter 100 V und sind daher nicht in der Lage, stärkere Objektschichten zu durchdringen. Nur ein gewisser Prozentsatz der primären Elektronen gelangt auf komplizierten Bahnen wieder an die Objekt-oberfläche zurück. Die von diesen Elektronen an der Oberfläche ausgelöste Sekundäremission kann ebenfalls aus der Objektschicht austreten, so daß diese *zweite Oberflächensekundäremission* zusammen mit den *rückdiffundierten primären Elektronen* sich der Eintritts-Oberflächensekundäremission überlagert.

Aus den besprochenen Verhältnissen folgen zwei Möglichkeiten, um zu scharfen und definierten Bildern zu gelangen, wenn man sich vergegenwärtigt, daß der Durchmesser der Zone, von der die zweitgenannte Sekundärstrahlung ausgeht, etwa die Größenordnung der Eindringtiefe der Elektronen in die Objektschicht hat.

Die eine theoretische Möglichkeit besteht darin, den *Sondenelektronen* eine *kleine Geschwindigkeit* zu erteilen. Die Sondenschärfe nimmt dann zwar nach Maßgabe der oben besprochenen Theorie ab. Doch sinkt gleichzeitig der Durchmesser der von der rückdiffundierenden Strahlung erfaßten Objektzone, bis

schließlich bei sehr kleinen Voltgeschwindigkeiten (Größenordnung 1000 V) dieser Durchmesser den Wert der Sondenschärfe erreicht.

Die zweite Möglichkeit liegt darin, *hohe Beschleunigungsspannungen* (Größenordnung  $5 \cdot 10^4$  V) zu benutzen; dann wird der Durchmesser der von der rückdiffundierenden Strahlung durchsetzten Objektzone größer als der Durchmesser der abgetasteten Objektzone. Man kann daher annehmen, daß unabhängig von der jeweiligen Sondenlage auf der abgetasteten Objektfläche stets etwa die gleiche Größe der rückdiffundierenden Strahlung sich ergibt, so daß nur die Änderungen der Eintritts-Oberflächensekundärstrahlung bei der Abtastung sich bemerkbar machen. In diesem Fall ist die rückdiffundierende Strahlung eine schädliche Strahlung, denn sie verringert, da ihr Anteil gleich oder sogar etwas

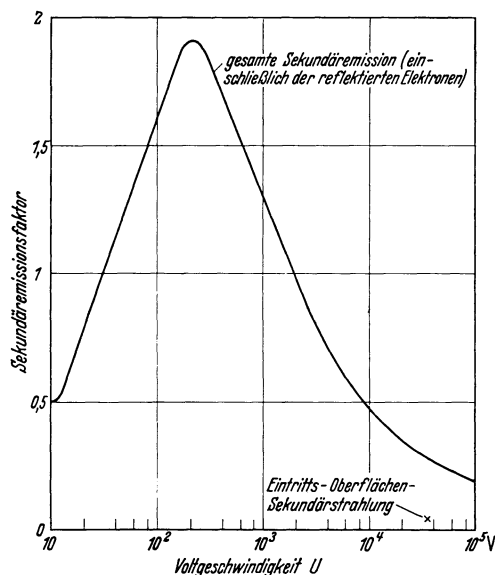


Abb. 75. Ausbeutefaktor des Sondenstromes bei Aufsichtbeobachtung (Material Aluminium).

größer ist als die Eintritts-Oberflächensekundärstrahlung, das Entstehen starker Bildkontraste. Die letzteren müßten erst wieder durch die Kompensationsmaßnahmen an der Ausgangsseite des Sekundäremissionsverstärkers erzwungen werden.

Die Größe des für die Registrierung nutzbar werdenden Stromes ergibt sich für den Fall der Aufsichtbeobachtung zu:

$$I_R = I \cdot s_1 \cdot s_2.$$

Hierin bedeutet  $I$  die Sondenstromstärke,  $s_1$  den Sekundäremissionsfaktor für die nutzbare Strahlung und  $s_2$  den Wirkungsgrad bei der Erfassung der Nutzstrahlung durch die Auffangfläche der Registriereinrichtung. Die ungefähre Größe von  $s_1$  kann für das angegebene Material aus Abb. 75<sup>1</sup> abgeschätzt werden. Beim Arbeiten mit kleinen Voltgeschwindigkeiten der Sonderelektronen (erstgenannte Möglichkeit) liegt der Wert von  $s_1$  nahe bei 1. Beim Arbeiten mit hohen Voltgeschwindigkeiten der Sonderelektronen (zweitgenannte Möglichkeit) darf nicht diese Kurve, die die gesamte Sekundäremission enthält, zugrunde gelegt werden, sondern nur der durch die Eintritts-Oberflächensekundärstrahlung

<sup>1</sup> ENGEL, A. v. u. M. STEENBECK: Elektrische Gasentladungen, S. 110. Berlin: Julius Springer 1932.

gebildete Bruchteil. Der letztere beträgt etwa ein Drittel der gesamten Sekundäremission. Ein Meßpunkt nach LENARD bei  $3,5 \cdot 10^4$  V ist in die Kurvendarstellung mit eingetragen. Bei der zweitgenannten Möglichkeit hat  $s_1$  etwa die Größe 0,05 bis 0,1. Trotz des sehr viel kleineren Sekundäremissionskoeffizienten dürfte praktisch der Unterschied in der Größe des Registrierstromes nicht sehr erheblich sein, weil bei hohen Spannungen sehr viel höhere Sondenströme für den gleichen SONDENDURCHMESSER erzielbar sind. Die Größe  $s_2$ , die den Anteil der Erfassung der Objektsekundäremission durch die Auffangfläche berücksichtigt, liegt nahe bei 1, wenn das Beschleunigungsfeld zwischen Objekt und erster Prallkathode so ausgeführt wird, daß die Objektsekundärelektronen auf die erste Prallkathode fokussiert werden.

Welche der beiden Möglichkeiten für die Praxis mehr Vorteile bietet, läßt sich erst auf Grund experimenteller Ergebnisse entscheiden. Eine wichtige Rolle dürfte bei dieser Entscheidung auch die mit der Kontraststeuerung zusammenhängenden Fragen spielen, denn Strukturen werden bei Aufsichtsbeobachtung erst durch die *Unterschiede der Sekundäremission* an der SONDENAUFSTREIFSTELLE des Objektes sichtbar.

Der Ausnutzungsfaktor des Sondenstromes bei Aufsichtsbeobachtung liegt je nach der Betriebsweise in der Größenordnung  $10^{-2}$  bis 1. Entweder im Hinblick auf die geringere SONDENSCHÄRFE bei der Arbeitsweise mit sehr kleinen Spannungen oder im Hinblick auf den kleinen Ausbeutefaktor des Sondenstromes beim Arbeiten mit hohen Anodenspannungen wird die Aufsichtsbeobachtung stets ein kleineres Auflösungsvermögen ergeben als die Objektbeobachtung in Durchsicht. Immerhin erscheint nach vorstehender Abschätzung ein Auflösungsvermögen von etwa  $10^{-5}$  mm durch Aufsichtsbeobachtung mit dem Rastermikroskop möglich, falls nicht experimentelle Schwierigkeiten bei der Schärfenstellung der Elektronensonde und bei der Ausbildung der Auffangvorrichtungen eine frühere Grenze setzen.

## D. Elektronenstrahlung und Objekt.

### I. Die durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehler und ihr Verhältnis zueinander.

Die beim Durchgang der Elektronenstrahlung durch Objekt- und Objektträgerschicht eintretende räumliche Streuung und Geschwindigkeitsstreuung der Elektronen findet sich in den vorausgegangenen Abschnitten bereits besprochen. Trotzdem sollen im folgenden Abschnitt die beiden durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehler noch einmal im Hinblick auf ihre grundsätzliche Bedeutung ausführlicher behandelt und miteinander verglichen werden.

#### 1. Die räumliche Streuung von Elektronen in Objektschichten.

Der durch räumliche Elektronenstreuung bei der Untersuchung innerer Objektschichten mit Hilfe von Elektronenstrahlen bedingte Abbildungsfehler

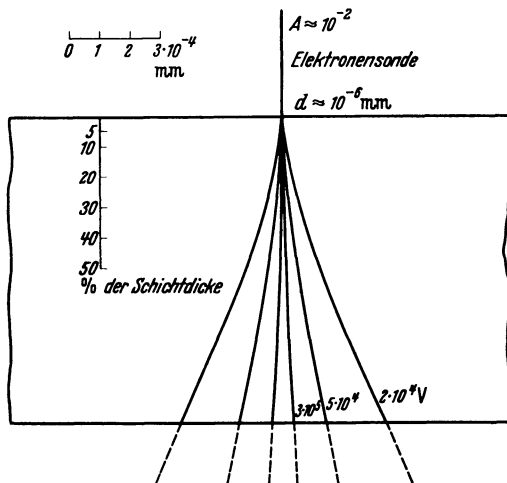


Abb. 76. Die räumliche Elektronenstreuung in einem homogenen, organischen Präparat von  $10^{-3} \text{ mm}$  Dicke. (Schematische, maßstäbliche Darstellung; berechnet für Kohlenstoff.)

soll durch die maßstäbliche Darstellung Abb. 76 veranschaulicht werden. Die mittlere räumliche Streuung ist hier für drei verschiedene Voltgeschwindigkeiten berechnet. Die große Überlegenheit äußerst hoher Beschleunigungsspannungen für die Untersuchung dickerer Objektschichten geht unmittelbar aus dieser Darstellung hervor. Für 50 kV-Elektronengeschwindigkeit zeigt die ihr zugrunde liegende Rechnung, daß man beispielsweise mit einem Auflösungsvermögen von  $10^{-5} \text{ mm}$  immer nur  $10^{-4} \text{ mm}$  tief in organische Präparate hineinschauen kann. Damit der ganze von der Objektschicht erfüllte Raum mit dem Auflösungs-

vermögen des erwähnten Beispiels untersucht werden kann, dürfte die Objektschicht nur  $2 \cdot 10^{-4} \text{ mm}$  dick sein, denn bei in Richtung der Mikroskopachse völlig symmetrischer Ausgestaltung des Objektträgers kann das Objekt wahlweise von der einen und von der anderen Seite untersucht werden. Die Herstellung dünner Objektschichten gehört daher zu einer der wesentlichsten Aufgaben auf dem Gebiete der Übermikroskopie. Zwar existieren, wie die im letzten Abschnitt des Buches gebrachten Ergebnisse zeigen, überraschend

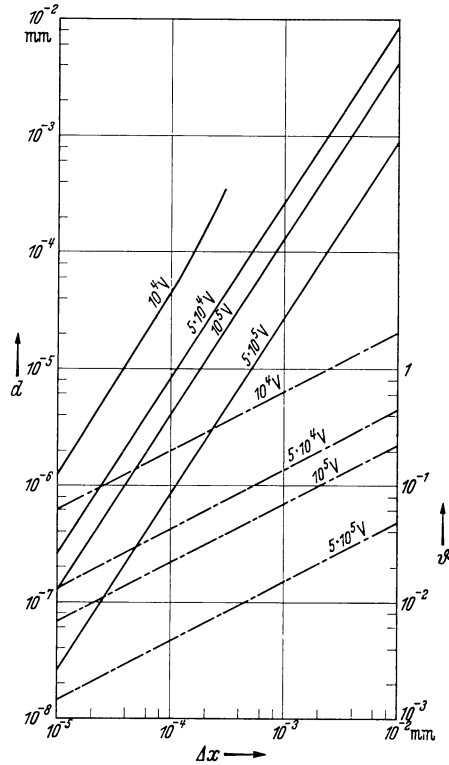
viele Objekte von extrem geringer Dicke, doch bleiben viele Probleme höchster Bedeutung der übermikroskopischen Untersuchung mit normalen Beschleunigungsspannungen verschlossen, ehe nicht spezielle Schneidmethoden, Zerfasungsmethoden, Walzmethoden, Preßmethoden oder ähnliche Verfahren ausgearbeitet worden sind, um aus ursprünglich dicken (beispielsweise organischen) Objekten hinreichend dünne Schichten ohne kritische Zerstörung der Feinstruktur herzustellen.

Zur Gewinnung dünner Objektschichten durch Schneidverfahren ist in diesem Zusammenhang wesentlich, daß selbst mit den besten gebräuchlichen Mikrotomen und Mikrotommessern bisher kaum Schnitte unter  $10^{-3}$  mm Dicke erzielt werden konnten. Erst mit neuen weiter unten beschriebenen Schneidmethoden und Schneidvorrichtungen ließen sich systematisch Schnittdicken von 2 bis  $5 \cdot 10^{-4}$  mm Dicke erreichen. Für den Fehlervergleich soll daher eine Objektschichtdicke von  $5 \cdot 10^{-4}$  mm, die also etwa der heutigen Schneidtechnik entspricht, zugrunde gelegt werden.

## 2. Streufehler, Kontrasterkennbarkeit und mittlere Objektebentiefe.

In einem früheren Abschnitt (B II 8) wurde abgeschätzt, daß in einer *homogenen Objektschicht* die kleinsten mit ausreichendem Kontrast erkennbaren Dickenunterschiede etwa 10% der Objektdicke betragen. Hierdurch ist eine mittlere Mindesttiefe der zu untersuchenden Objektzone festgelegt, denn der vorstehende Satz besagt, daß die Objektstruktur, soll sie erkennbar sein, mindestens eine Dicke von 10% des Objektschnittes aufweisen muß. Die mit Rücksicht auf die Kontrastverhältnisse gegebene Mindesttiefe der mittleren Objektebene ist jedoch bei den meisten Objekten wesentlich geringer, da diese gewöhnlich eine inhomogene Struktur mit starken Dichteunterschieden besitzen. Bei Objekten mit geringen Dichteunterschieden kann die Grenze der Kontrasterkennbarkeit durch Färbung mit Metallsalzen hoher Dichte und Dispersität wesentlich hinausgeschoben werden.

Die absolute Größe des Abbildungsfehlers durch räumliche Elektronenstreuung in Abhängigkeit von der mittleren Objektebentiefe ist für organische Präparate und verschiedene Voltgeschwindigkeiten der Elektronen aus der Darstellung Abb. 77 zu entnehmen. In der gleichen Darstellung sind auch die zugeordneten Streuwinkel eingetragen, die, wie schon oben besprochen, für die Intensitätsverhältnisse von hoher Bedeutung sind.



$$- - - : \vartheta = \frac{8}{U} \cdot \frac{U + 511}{U + 1022} \cdot Z \cdot \sqrt{\frac{\rho \cdot \Delta x}{A}}$$

$$- - - : d = 2 \Delta x \cdot \operatorname{tg} \vartheta$$

$\Delta x$  = Schichtdicke [ $10^{-3}$  mm],

$U$  [kV],

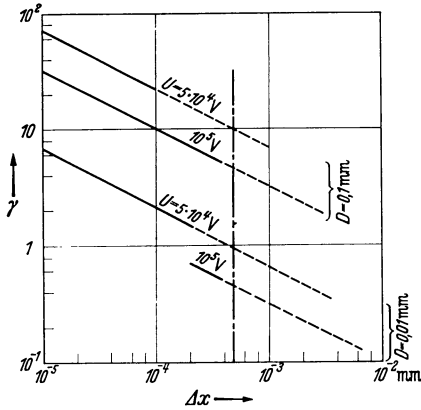
$Z$  = Ordnungszahl [= 6],

$A$  = Atomgewicht [= 12],

$\rho$  = Dichte [= 1].

Abb. 77. Auflösungsvermögen ( $d$ ) und Streuwinkel ( $\vartheta$ ) als Funktion der Schichtdicke für organische Präparate (Kohlenstoff).

Wie weit hinreichend scharfe und zugleich hinreichend kontrastreiche Abbildungen der Strukturen möglich sind, hängt nach vorstehendem von der Voltgeschwindigkeit der Elektronen und der schon erwähnten dünnsten Objektdicke ab.



Berechnet für Aluminium

$$\gamma = \frac{d_{\text{Chrom}}}{d_{\text{Streu}}} \approx 20000 \frac{D}{\sqrt{\Delta x}} \cdot \frac{1}{U} \cdot \frac{U + 1022}{U + 511}$$

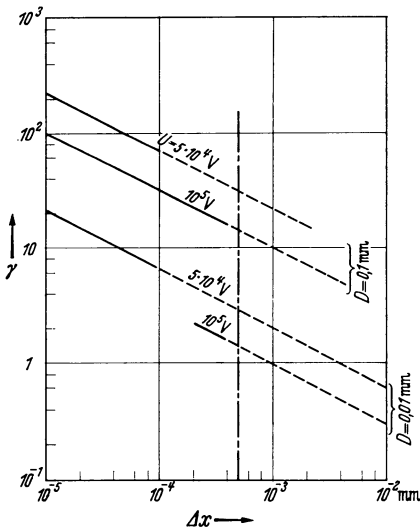
$\Delta x$  = Schichtdicke [=  $10^{-3}$  mm],  
 $D$  = wirksame Objektivöffnung,  
 $U$  [kV].

Abb. 78. Verhältnis des chromatischen zum Streufehler als Funktion der Schichtdicke für 5% Objektebenentiefe.

### 3. Vergleich von Streufehler und chromatischem Abbildungsfehler.

Nicht nur der Fehler durch die räumliche Elektronenstreuung an den Atomkernen des Objekts, sondern auch der chromatische Abbildungsfehler durch die Geschwindigkeitsstreuung der Elektronen an den Atomelektronen ist mit der Dicke der Objektschicht verknüpft. Daher ist es naheliegend, die Größe der beiden Fehler bei gleicher Objektschicht unter verschiedenen Verhältnissen zu vergleichen<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Die durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehler des Elektronenmikroskops und ihr Verhältnis zueinander. Z. Phys. Bd. 111 (1938) Heft 3/4 S. 152.

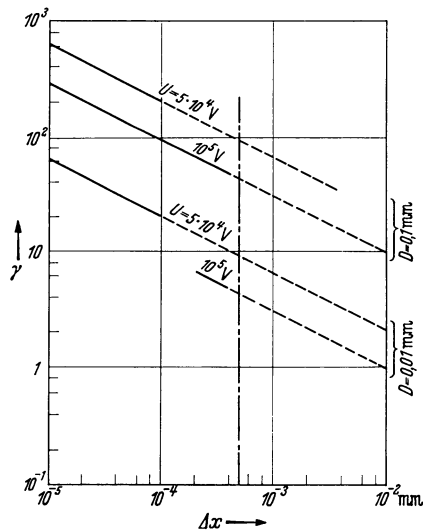


Berechnet für Aluminium

$$\gamma = \frac{d_{\text{Chrom}}}{d_{\text{Streu}}} \approx 7200 \frac{D}{\sqrt{\Delta x}} \cdot \frac{1}{U} \cdot \frac{U + 1022}{U + 511}$$

$\Delta x$  = Schichtdicke [=  $10^{-3}$  mm],  
 $D$  = wirksame Objektivöffnung [mm],  
 $U$  [kV].

Abb. 79. Verhältnis des chromatischen zum Streufehler als Funktion der Schichtdicke für 10% Objektebenentiefe.



Berechnet für Aluminium

$$\gamma = \frac{d_{\text{Chrom}}}{d_{\text{Streu}}} \approx 2500 \frac{D}{\sqrt{\Delta x}} \cdot \frac{1}{U} \cdot \frac{U + 1022}{U + 511}$$

$\Delta x$  = Schichtdicke [=  $10^{-3}$  mm],  
 $D$  = wirksame Objektivöffnung,  
 $U$  [kV].

Abb. 80. Verhältnis des chromatischen zum Streufehler als Funktion der Schichtdicke für 20% Objektebenentiefe.

Ein solcher Vergleich verdient deswegen besonderes Interesse, weil durch ihn der Anwendungsbereich der ohne chromatischen Abbildungsfehler bei Objektdurchstrahlung arbeitenden Sondenmikroskope gekennzeichnet wird. Die Sondenmikroskope werden bei Objektdurchstrahlung nur unter solchen praktischen Verhältnissen dem normalen Elektronenmikroskop überlegen sein können, wo der chromatische Abbildungsfehler größer als der Streufehler ist.

Das Verhältnis der beiden Fehler zueinander:

$$\gamma = \frac{d_{\text{Chrom}}}{d_{\text{Streu}}}$$

ist in den Abb. 78, 79, 80 für 5, 10 und 20% mittlerer Objektebenentiefe berechnet. Die Ausrechnung erfolgte für Aluminium und Vielfachstreuung, für zwei Anodenspannungswerte und zwei Blenddurchmesser der Hauptoptik. Die Annahme einer Vielfachstreuung, die zugleich eine Vernachlässigung der Winkelabhängigkeit der Elektronengeschwindigkeiten hinter der Objektschicht rechtfertigt, erscheint für die angegebenen Spannungen und Schichtdicken zulässig. Die Kurven sind in Richtung großer Schichtdicken stets nur so weit ausgezogen, bis der Streufehler den Wert  $2 \cdot 10^{-4}$  mm, das heißt das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes überschreitet, denn nur eine Mehrleistung des Elektronenmikroskopes gegenüber dem Lichtmikroskop ist von Interesse. In Richtung kleiner Schichtdicken sind die Kurven nur so weit fortgesetzt, bis der größere der beiden Fehler, der chromatische Fehler, kleiner als  $10^{-6}$  mm wird, weil dann die anderen Abbildungsfehler des Elektronenmikroskopes die Leistungsfähigkeit begrenzen. Für alle Kurven wurde bei der Berechnung (der den chromatischen Fehler bestimmenden Größe) des Geschwindigkeitsverlustes der Elektronen berücksichtigt, daß bei den dünneren Schichten und höheren Spannungen der Parallelfall (LENARD) gegeben ist. In Richtung größerer Schichtdicken geht der Parallelfall allmählich in den Fall der diffusen Streuung über. Die Grenze, bis zu der man mit dem Parallelfall zu rechnen hat, ist durch die *ausgezogenen* Kurventeile gekennzeichnet. Im Bereiche des gestrichelten Verlaufes der Kurven ist der chromatische Fehler und damit auch der Wert mit dem Umwegfaktor zu multiplizieren, der von 1 im vorliegenden Falle allmählich auf 1,8 ansteigt. Die Größe 1,8 erreicht er etwa bei  $10^{-3}$  mm für  $U = 5 \cdot 10^4$  V und bei  $4 \cdot 10^{-3}$  mm für  $U = 10^5$  V.

Trotzdem die Berechnung der Abb. 78 bis 80 für Aluminium als Objektmaterial erfolgt ist, gelten sie, wie folgende kurze Betrachtung erkennen läßt, mit ausreichender Genauigkeit auch für organische Objektschichten. Lediglich die Kurvengrenzen erfahren eine leichte Veränderung von untergeordneter Bedeutung.

Bei konstanter Schichtdicke und Spannung ist der Streufehler:

$$d_{\text{Streu}} = \text{const} \cdot Z \cdot \sqrt{\frac{\rho}{A}}$$

( $Z$  = Ordnungszahl,  $\rho$  = Dichte,  $A$  = Atomgewicht). Der chromatische Fehler ist unter gleichen Bedingungen etwa:

$$d_{\text{Chrom}} = \text{const} \cdot \frac{Z \cdot \rho}{A} \cdot 1.$$

Also ist das Verhältnis

$$\gamma = \frac{d_{\text{Chrom}}}{d_{\text{Streu}}} = \text{const} \sqrt{\frac{\rho}{A}}.$$

<sup>1</sup> BETHE, H.: Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 5 (1930) S. 375.



Daraus ergibt sich für die Veränderung von  $\gamma$  beim Übergang von Aluminium zu Kohlenstoff

$$\frac{\gamma_C}{\gamma_{Al}} = 0,92,$$

das heißt das Verhältnis bleibt praktisch konstant. Es gelten somit, wie schon vorweggenommen, die Kurven Abb. 78 bis 80 auch für organische Schichten.

Für eine Objektschicht von  $5 \cdot 10^{-4}$  mm ist in Abb. 78 bis 80 der Abszissenwert eingezeichnet. Während bei der Berechnung des chromatischen Fehlers der Vorgang der Vielfachstreuung nur bei den zugeordneten großen Massendicken angenommen ist, wurde bei der Abschätzung des räumlichen Streufehlers in den Abbildungen dieses Kapitels auch für kleine Massendicken Vielfachstreuung angenommen. Unter Berücksichtigung des schon im Zusammenhang mit Abb. 44 gegebenen Kommentars ist damit zu rechnen, daß der räumliche Streufehler im Bereich geringer Schichtdicken kleinere Werte aufweist. In diesen Bereichen sind daher höhere  $\gamma$ -Werte als in den Abbildungen angegeben zu erwarten. Unter Vernachlässigung der Abnahme des Streufehlers in den Gebieten der Mehrfachstreuung ergeben sich folgende Zahlenwerte für den Fehlervergleich: Unter Annahme einer wirksamen Objektivöffnung von  $10^{-2}$  mm und 50 kV-Anodenspannung liegt für 10% Objektebentiefe der  $\gamma$ -Wert unter Berücksichtigung des Umwegfaktors etwa bei 3,5, das heißt Elektronen-Rastermikroskop und Elektronen-Schattenmikroskop müßten theoretisch Strukturen unter diesen Verhältnissen mit 3,5mal größeren Auflösungsvermögen als das normale Elektronenmikroskop abbilden können. Bei gleicher Anodenspannung und Blende und etwa 20% Objektebentiefe, also 40% Beobachtbarkeit des Objektraumes liegt der  $\gamma$ -Wert bei 1,2. Bei Steigerung der Anodenspannung auf 100 kV, sowie 20% Objektebentiefe sinkt der  $\gamma$ -Wert unter 1. Für 5% Objektebentiefe, die insbesondere in Verbindung mit Metallsalzfarbung noch durchaus gute Kontraste liefert, liegen die  $\gamma$ -Werte zwischen 2 und 10 je nach Anodenspannung und Blendgröße. Ein interessanter Anwendungsbereich des Elektronen-Rastermikroskopes und des Elektronen-Schattenmikroskopes ist daher die Untersuchung von nahe der Oberfläche gelegenen Objektschichten.

## II. Die Größe der Objektbelastung.

Die Elektronenstrahlen bewirken durch Energieabgabe eine *Erwärmung* und eine *Ionisierung* der durchstrahlten Objektschichten. Die Erwärmung ist äquivalent der Energieaufnahme im Objekt, während die im Objekt hervorgerufenen Ionisierungsprozesse abhängen von der Zahl der Elektronen, die in der Aufnahmezeit durch das Objekt hindurchtreten. Sowohl durch Erwärmung als auch durch Ionisierung können sich Überlastungen des Objektes ergeben, die zur Zerstörung, Strukturänderung oder — bei lebenden Objekten — zur Abtötung führen. Aus diesem Grunde wird es notwendig, die Größe der Objektbeanspruchung einer Berechnung zu unterziehen.

### 1. Energieaufnahme im Objekt.

Die Energieaufnahme im Objekt ist die Differenz zwischen der in Wärme umgesetzten Energie des Strahlstromes und der durch Strahlung oder Leitung abgegebenen Energiemenge. Da die abgegebene Wärmemenge wegen der Verschiedenartigkeit der Objekte und der Objekthalterungen der Rechnung schwer zugänglich ist, mag es hier genügen, die Berechnung allein auf die im Objekt absorbierte Wärmemenge zu beschränken.

Die von Strahlstrom  $I$  an das Objekt abgegebene Leistung besitzt die Größe:

$$N = U \cdot I_{\text{absorb}} + \Delta U \cdot I,$$

wenn  $U$  die Voltgeschwindigkeit der Elektronen bedeutet. Die absorbierte Leistung setzt sich also zusammen aus zwei Anteilen, von denen der eine durch die Stromabsorption im Objekt und der andere durch den Geschwindigkeitsverlust  $\Delta U$  im Objekt verursacht wird. Die Größe des absorbierten Stromanteiles berechnet sich mit Hilfe des Absorptionskoeffizienten  $\alpha_0$  zu:

$$\frac{I_{\text{absorb}}}{I} = 1 - e^{-\alpha_0 \Delta x} \approx \alpha_0 \cdot \Delta x.$$

Für die Berechnung der Energieaufnahme wird angenommen, daß die Schichtdicke  $\Delta x$  so klein ist, daß der Parallelfall gilt, das heißt, daß die Elektronen in der Schicht ihre parallele Anfangsrichtung annähernd beibehalten. Die Berechtigung dieser Annahme für die Mehrzahl mikroskopischer Objekte wird weiter unten im gleichen Abschnitt begründet werden. Der Anteil des Geschwindigkeitsverlustes, der hier ebenso wie in Abb. 40 als der wahrscheinlichste Geschwindigkeitsverlust nach LENARD angenommen ist, läßt sich auf eine ähnliche Form bringen wie bei der Stromabsorption; er beträgt:

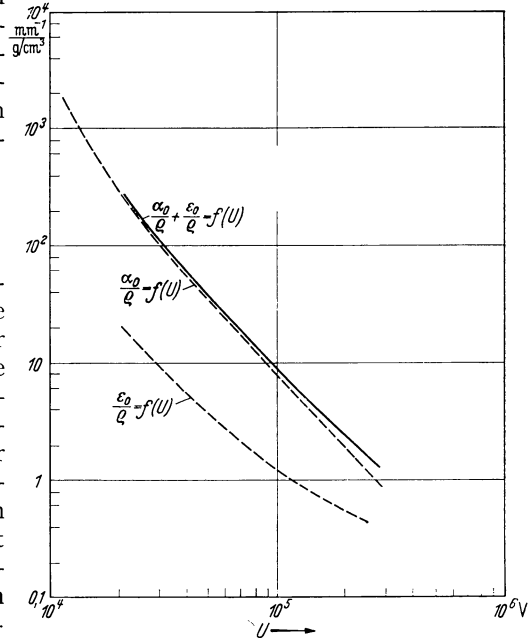
$$\frac{\Delta U}{U} = \frac{dU/dx}{U} \cdot \Delta x = \varepsilon_0 \cdot \Delta x,$$

wobei  $\varepsilon_0$  lediglich zur Abkürzung eingeführt ist. Die Größe  $dU/dx$  läßt sich aus den von LENARD angegebenen Tabellenwerten  $d\beta/dx$  umrechnen.  $\beta = v/c$  bedeutet das Verhältnis der Elektronengeschwindigkeit zur Lichtgeschwindigkeit.

Da die Absorption ebenso wie die Geschwindigkeitsabnahme näherungsweise der Dichte  $\rho$  proportional sind, stellen die Quotienten  $\alpha_0/\rho$  und  $\varepsilon_0/\rho$  Konstanten dar. Mit ihrer Hilfe läßt sich die im Objekt umgesetzte Leistung ( $W$ ) in der Form schreiben:

$$N = UI \cdot \Delta x \cdot \rho \cdot \left( \frac{\alpha_0}{\rho} + \frac{\varepsilon_0}{\rho} \right).$$

Die Werte  $\frac{\alpha_0}{\rho}$ ,  $\frac{\varepsilon_0}{\rho}$  und  $\left( \frac{\alpha_0}{\rho} + \frac{\varepsilon_0}{\rho} \right)$  sind aus Abb. 81<sup>1</sup> für die jeweilige Voltgeschwindigkeit zu entnehmen. Aus den Zahlenwerten folgt, daß der durch



$\alpha = \frac{\alpha}{B}$  = wahrer Absorptionskoeffizient,  
 $\frac{\alpha_0}{\rho}$  = Massenabsorptionskoeffizient,  
 $\rho$  = Dichte,  $B$  = Umwegfaktor,

$\frac{I_{\text{absorb}}}{I} = 1 - e^{-\alpha_0 \Delta x} \approx \alpha_0 \Delta x$  = absorbierter Stromanteil,  
 $\frac{\Delta U_0}{U} = \frac{dU/dx}{U} \cdot \Delta x = \varepsilon_0 \Delta x$  = Anteil des Geschwindigkeitsverlustes.

Abb. 81. Massenabsorptionskoeffizient und Massenfaktor des Geschwindigkeitsverlustes für Parallelfall in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung.

<sup>1</sup> Vgl. B. v. BORRIES u. E. RUSKA: Eigenschaften der übermikroskopischen Abbildung. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 481.

Geschwindigkeitsabnahme verursachte Anteil völlig gegenüber dem durch Stromabsorption bedingte Anteil vernachlässigt werden kann.

Die auf das *Objektvolumen* bezogene Leistung ( $\text{W/cm}^3$ ) erhält den Wert:

$$N_v = U \cdot j \cdot \rho \cdot \left( \frac{\alpha_0}{\rho} + \frac{\varepsilon_0}{\rho} \right).$$

Die Stromdichte im Objekt kann gemäß Abschnitt B II 9d beim normalen Elektronenmikroskop berechnet werden zu

$$j = j_1 = \left( \frac{A_1}{A_0} \right)^2 \cdot j_0$$

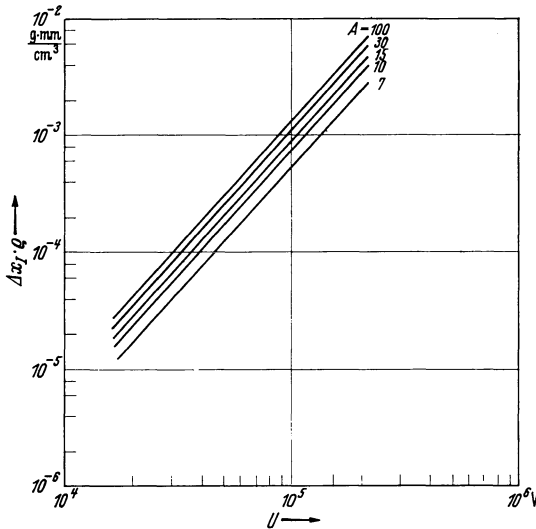
und gemäß Abschnitt C II 9a beim Rastermikroskop zu

$$j = j_n = \left( \frac{A_n}{A_0} \right)^2 \cdot j_0.$$

Bei gleichem Strahlerzeugungssystem und gleicher Objektivapertur ist also die *gleiche Stromdichte bei beiden Mikroskoparten* gegeben.

Beim Elektronen-Schattenmikroskop ist zwar die Stromdichte in der Objektebene im Verhältnis des Quadrates des Gesichtsfeld-durchmessers zum Sondendurchmesser, das heißt im Verhältnis der Bildelementzahl, kleiner als beim Rastermikroskop. Dafür ist jedoch die Bestrahlungszeit für das Objektelement angenähert entsprechend der Bildpunktzahl größer, so daß schließlich auch für das Elektronen-Schattenmikroskop sich etwa die gleiche Gesamtbelastung je Objektelement ergibt.

Der Bereich der Schichtdicken, innerhalb deren die Annahme des *Parallelfalles* gültig ist, läßt sich nach LENARD näherungsweise bestimmen, wenn man als Grenzdicke



$$\Delta x_I = \frac{\ln(1,11 - 0,11 p^2)}{2 \rho \cdot \frac{\alpha_0}{\rho} \cdot B \cdot f} = \text{Parallelfalldicke}$$

(Rückdiffusion = 10%),

$p$  = Rückdiffusionskonstante,

$B = \frac{1+p}{1-p}$  = Umwegfaktor,

$\frac{\alpha_0}{\rho}$  = Massenabsorptionskoeffizient,

$f$  = Materialfaktor.

Abb. 82. Parallelfalldicke  $\Delta x_I$  in Abhängigkeit von Beschleunigungsspannung  $U$ , Atomgewicht  $A$  und Dichte  $\rho$ .

des Parallelfalles die Schichtdicke, für die der Rückdiffusionsanteil der Elektronen 10% ist (Parallelfalldicke), ansieht. Die Abhängigkeit der Parallelfalldicke  $\Delta x_I$  von Atomgewicht und Dichte des Schichtmaterials und der Beschleunigungsspannung ist aus Abb. 82<sup>1</sup> zu ersehen. Für die Dichte 1 gibt der Ordinatenmaßstab unmittelbar die Schichtdicken in Millimetern an.

Einige Zahlenbeispiele über die Größe der praktisch zulässigen Objektbelastung, denen Beobachtungen von H. RUSKA<sup>2</sup> zugrunde liegen und die in guter Übereinstimmung mit experimentellen Erfahrungen des Verfassers sind, seien im folgenden mitgeteilt.

<sup>1</sup> Siehe das Literaturzitat auf der vorhergehenden Seite.

<sup>2</sup> RUSKA, H.: Übermikroskopische Untersuchungstechnik. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 287.

Bei Kollodiumhaut-Objektträgerfolien von  $10^{-5}$  mm Dicke und  $5,5 \cdot 10^4$  V Beschleunigungsspannung wurde festgestellt, daß die Belastung mit einer Stromdichte von  $10^{-3}$  A/mm<sup>2</sup> die Folie noch nicht zerstört. Diesen Daten entspricht unter Annahme einer Dichte für Kollodium von 1,6 die auf das Objektvolumen bezogene Leistung:

$$N_v \approx 2,5 \text{ kW/mm}^2.$$

Dieser überraschend hohe Wert wird nur verständlich, wenn man sich vergegenwärtigt, daß infolge der äußerst geringen Dicke der Folie eine außerordentlich große strahlungsfähige Oberfläche für das Volumen besteht. — Bei einer zweiten Beobachtung erfolgte das *Zerreißen einer Objektträgerfolie* von  $10^{-2}$  mm<sup>2</sup> Fläche unter einer Bestrahlung von  $10^{-4}$  A/mm<sup>2</sup> bei etwa  $\frac{2}{3}$  Belegung des Films mit  $3 \cdot 10^{-4}$  mm dicken Bakterien. Dieser Beobachtung entsprechen etwa 5 kW/mm<sup>3</sup> Objektbelastung. Mit Rücksicht auf die eigentümlichen Abstrahlungsverhältnisse bei Objekten mit Foliencharakter ist für die Belastung maßgebend die Leistungsdichte pro Flächeneinheit  $N_F = N/F = N_v \cdot \Delta x$ , die also bei gegebener Strahlleistung  $U \cdot I$  von der Schichtdicke abhängig ist. Dünnere Folien und dünnere Objekte können demnach meist mit größeren Stromdichten bestrahlt werden als dickere Schichten.

Werden sehr dicke Objekte untersucht, die alle Elektronen absorbieren, so können sehr hohe Leistungsdichten in der Flächeneinheit der bestrahlten Körper entstehen. Bei dem obigen Zahlenbeispiel erhält man  $N/F = 55$  W/mm<sup>2</sup>. Diese Leistungsdichte ist in der Lage, sehr hohe Temperaturen hervorzurufen, wenn die Wärme nicht ausgezeichnet abgeleitet wird. So konnte beispielsweise ein Schmelzen von Silberdrähten, das heißt Temperaturen um  $1000^\circ$  C und Umkristallisationen bei der übermikroskopischen Betrachtung einer Rasierklingenschneide beobachtet werden.

Die Stromdichten der vorstehenden Beispiele ( $10^{-1}$  bis  $10^{-2}$  A/cm<sup>2</sup>) sind nur etwas höher als die durchschnittlich während der Einstell- und Aufnahmeperiode angewendeten Stromdichten. Ein glücklicher Umstand muß darin gesehen werden, daß die experimentell festgestellte höchste zulässige Stromdichte bei der Belastung von Objekten mit Foliencharakter gerade noch etwas höher liegt, als sich bei für kürzeste Belichtungszeiten optimaler Dimensionierung der Mikroskope in der Objektebene ergibt.

In den vorstehenden Betrachtungen über die Objektbelastung durch Erwärmung ist die zugeführte *Leistung* als ausschlaggebend angesehen worden, weil angenommen werden kann, daß stets nach kürzester Zeit (kleine Wärmekapazität der Objekte!) sich ein stationärer Temperaturzustand ausbildet. Die Objektbestrahlungszeit spielt also für diese Betrachtungen keine Rolle.

## 2. Ladungsaufnahme und Ionisierung im Objekt.

Die in der Objektschicht absorbierten Elektronen können neben der schon untersuchten Erwärmung auch eine Aufladung bewirken, wenn die Objektschichten, wie das meist der Fall ist, isolieren. Die negative *Aufladung des Objektes* durch absorbierte Ladungen, die besonders bei dickeren Objekten mit Spitzen und Faserstruktur zu Bildstörungen führen kann, tritt nicht ein, sobald die von den absorbierten Primärelektronen ausgelöste Sekundäremission größer ist als der absorbierte Strom. Der absorbierte Ladungsanteil ist gegeben durch das Stromverhältnis:

$$\frac{I_{\text{absorb}}}{I} = \alpha_0 \cdot \Delta x.$$

Unter praktischen Verhältnissen liegt bei Objekten mit Foliencharakter der vorstehende Wert in der Größenordnung  $10^{-2}$  bis  $10^{-4}$ . Ein so kleiner Sekundär-emissionsfaktor ist auch bei hohen Voltgeschwindigkeiten für alle Stoffe als gegeben anzusehen (vgl. beispielsweise die Kurve Abb. 75). Objektträger und Blenden absorbieren im Gegensatz zu dünnen Objektschichten fast alle auftreffenden Elektronen. Da diese Teile leitend sind, kann auch ihre Aufladung leicht vermieden werden.

Die *Ionisierung der Objektschicht* ist von entscheidender Bedeutung für die Frage, ob mit Elektronenmikroskopen lebende Objekte beobachtet werden können. Für die Ionisierung durch Elektronenstrahlung der hier üblichen Voltgeschwindigkeiten ist ebenso wie bei der Ionisierung durch Röntgenstrahlen die Energiedichte der Strahlung maßgebend. Die letztere ist aus den im letzten Abschnitt gebrachten Beziehungen unmittelbar zu entnehmen. Im Gegensatz zur Objektbelastung durch Erwärmung ist die Zeit mit zu berücksichtigen, solange die Belichtungs- und Beobachtungszeit klein gegen die Lebensdauer der untersuchten Mikroorganismen bleibt.

Bei gegebener Beschleunigungsspannung genügt es, die pro Einheit der Objektfläche während der Bestrahlungszeit durchströmende Elektronenmenge (Coul/cm<sup>2</sup>) als Maß für die Ionisierungsbelastung zugrunde zu legen. Ein Mindestwert, der auch nur durch *Abschirmung von Objektzonen während der Einstellperiode* erreicht werden kann, folgt aus der für notwendig angesehenen Schwärzung der photographischen Schicht.

Die während der Bestrahlungszeit die Objektfläche durchströmende Ladungsdichte  $B = j \cdot t$  besitzt beim normalen Elektronenmikroskop den Wert  $B = j_3 \cdot V^2 \cdot t$ . Hierin bedeutet  $j_3$  die Stromdichte im Endbild,  $V$  die Vergrößerung und  $t$  die Bestrahlungszeit. Der  $j_3$ -Wert für ein bestimmtes Auflösungsvermögen  $d$  ist der Darstellung Abb. 51 zu entnehmen. Den in dieser Darstellung nicht berücksichtigten und schon oben besprochenen Abschwächungseinflüssen für die Stromdichte soll durch Multiplikation des abgelesenen  $j_3$ -Wertes mit dem Sicherheitsfaktor 0,1 Rechnung getragen werden. Der  $V$ -Wert berechnet sich aus dem Quotienten von Auflösungsgrenze der photographischen Schicht ( $10^{-2}$  mm) und Auflösungsvermögen des Mikroskopes in Millimetern. Der  $t$ -Wert hängt davon ab, ob das Objekt nur während der photographischen Belichtung oder auch während der Einstellperiode der Belastung ausgesetzt ist. In letzterem Falle liegen die Belastungen viele Größenordnungen höher. Bei Abdeckung des zu aufzunehmenden Objektausschnittes während der Einstellperiode dürfte es genügen, den  $t$ -Wert aus der Darstellung Abb. 52 abzulesen. Wird in der angegebenen Weise verfahren, so ergibt sich für ein Auflösungsvermögen  $d = 10^{-6}$  mm eine Objektbelastung von  $B = 10^{-2}$  Coul/cm<sup>2</sup>. Für das geringere Auflösungsvermögen  $d = 10^{-5}$  mm läßt sich entsprechend ein Wert  $B = 10^{-4}$  Coul/cm<sup>2</sup> abschätzen. Eine Objektbelastung von  $10^{-4}$  Coul/cm<sup>2</sup> dürfte etwa die geringste Belastung darstellen, die unter Annahme eines gerade noch ausreichenden Auflösungsvermögens einwandfreie photographische Bilder liefern kann. Die Untersuchung lebender Substanz muß darauf hinzielen, die Veränderungen im Mikrobilde, die als Folge der Lebensvorgänge entstehen, festzuhalten. Dies ist bei schwächster Objektbelastung nur möglich durch in gewissen Zeitabständen vorgenommene (Reihen-) Aufnahmen. Wird die Notwendigkeit wiederholter Belichtungen berücksichtigt, so läßt sich die *kleinste Objektbelastung beim Elektronenmikroskop* etwa zu 2 bis  $5 \cdot 10^{-4}$  Coul/cm<sup>2</sup> (2 bis 5 Bilder) abschätzen.

Eine analoge Betrachtung über die Objektbelastung läßt sich für das Elektronen-Rastermikroskop durchführen. Aus der in Abb. 70 angegebenen Beziehung für den Sondenstrom folgt, daß bei gleichem Auflösungsvermögen die Stromdichten im Objekt bei beiden Mikroskoparten gleich sind. Für die Be-

lichtungszeit eines Bildelementes ist beim Rastermikroskop die Stromdichte in der Registrierebene maßgebend. Wird beim Rastermikroskop der Registrierfleckdurchmesser gerade gleich dem Auflösungsvermögen der photographischen Schicht ( $10^{-2}$  mm) gewählt, so sind auch die Bestrahlungsdauern je Objekt-element und damit die Objektbelastungen bei beiden Mikroskoparten genau gleich. Der prinzipielle Unterschied zwischen Elektronenmikroskop und Elektronen-Rastermikroskop liegt darin, daß bei dem ersteren alle Bildelemente gleichzeitig photographisch erfaßt werden, während bei dem letzteren die Registrierung zeitlich nacheinander erfolgt und damit um den Faktor der Bildelementzahl länger dauert.

Unter gleichen Voraussetzungen (Gesichtsfelddurchmesser, Auflösungsvermögen, Auflösungsvermögen der Photoschicht usw.) ist die über die ganze Belichtungszeit integrierte Objektbelastung durch Ionisierung beim Elektronen-Schattenmikroskop wieder angenähert die gleiche wie beim Rastermikroskop.

Nach Vorliegen der Zahlenwerte für die das Objekt durchströmende Ladungsdichte ist zu prüfen, welche Belastungen bei normalen Arbeitsspannungen des Elektronenmikroskopes von lebender Substanz ausgehalten werden können.

### III. Die Empfindlichkeit lebender Substanz gegen Elektronenbestrahlung.

Die Möglichkeiten für die Untersuchung von Lebensvorgängen mit Elektronenmikroskopen werden eingeschränkt durch die Tatsache, daß nicht alle Mikroorganismen im Vakuum lebensfähig bleiben. Diese Einschränkung ist jedoch nicht grundsätzlich, nachdem durch die Entwicklung des Rastermikroskopes ein Weg aufgezeichnet wurde, um Objekte elektronenmikroskopisch zu untersuchen, die sich an freier Luft befinden, und nachdem bei normalen Elektronenmikroskopen der Weg beschritten werden kann, die Mikroobjekte in extrem dünne (Nähr-) Flüssigkeiten von niederem Dampfdruck einzubetten. Die Beantwortung der Frage, ob überhaupt mit Elektronenmikroskopen lebende Substanz, ohne daß eine Abtötung eintritt, photographiert oder beobachtet werden kann, hängt vielmehr in erster Linie von der spezifischen Elektronenbelastung der zu untersuchenden Objekte und von deren Empfindlichkeit gegen diese Belastung ab<sup>1</sup>.

Bei dünnen Objekten, insbesondere solchen mit Foliencharakter, wo die in Wärme umgesetzte Energie des Strahlstromes klein und die abgegebene Energiemenge groß ist, sind nach den Ausführungen der beiden vorausgegangenen Abschnitte kritische Temperaturen speziell dann in der Objektschicht nicht zu erwarten, wenn die elektronenoptische Bemessung des Mikroskopes nur dem Auflösungsvermögen  $d = 10^{-5}$  mm angepaßt wird. Die Abtötung von Mikroorganismen dürfte bereits viel eher durch Ionisierung eintreten.

Über die *Wirkung der Ionisierung bei lebender Substanz* ist insbesondere im Zusammenhang mit Problemen der Röntgentherapie viel gearbeitet worden. Es existieren jedoch auch Untersuchungen über den spezifischen Einfluß von Kathodenstrahlen auf Mikroorganismen, deren Ergebnisse vorzüglich geeignet sind, um die Größenordnungen der Empfindlichkeit lebender Substanz gegen Elektronenstrahlung zu erkennen. Einer amerikanischen Arbeit<sup>2</sup> sind die in

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über die Möglichkeit der Untersuchung lebender Substanz mit Elektronenmikroskopen. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 239.

<sup>2</sup> HASKINS, C. P.: The biological effects of low velocity cathode rays. J. appl. Physics Bd. 9 (1938) Heft 9 S. 553.

Abb. 83 wiedergegebenen Werte für den Abtötungsfaktor in Abhängigkeit von der durchströmenden Elektronenmenge für eine bestimmte angegebene Sporenart und die eingetragene Anodenspannung entnommen. Der amerikanische Autor hat hier die betreffenden Sporen im Vakuum bestimmten Bestrahlungen ausgesetzt und dann jeweils den Prozentsatz abgetöteter Sporen an Hand von angesetzten Kulturen ermittelt, und zwar durch Vergleich der Kulturen mit anderen Kulturen, die im Vakuum nichtbestrahlten Sporen zugeordnet waren. Der gleiche Autor hat auch die Abhängigkeit von der Elektronengeschwindigkeit untersucht. Die letztere kommt in der Kurve Abb. 84 zum Ausdruck, deren

Sporenarten: Ascomyzeten (*aspergillus niger* und *penicillium*).

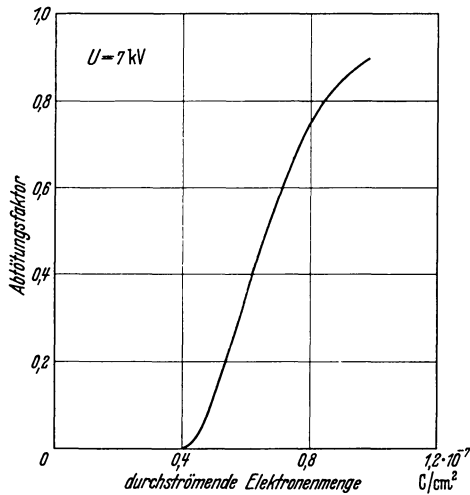


Abb. 83. Die Abtötung von Sporen durch Elektronenbestrahlung im Vakuum. (Nach Messungen von C. P. HASKINS.)

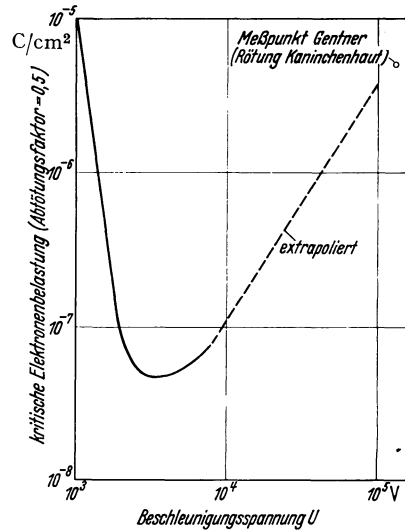


Abb. 84. Kritische Elektronenbelastung in Abhängigkeit von der Spannung für Sporen. (Nach Messungen von C. P. HASKINS.)

ausgezogener Teil den Messungen des amerikanischen Autors entspricht. In Richtung hoher Spannungen mußte die Kurve in Ermangelung von Meßergebnissen extrapoliert werden. Hierbei wurde angenommen, daß die Ionisierung näherungsweise proportional der absorbierten Energie, das heißt proportional dem Produkt des Absorptionskoeffizienten  $\alpha_0$  und der Beschleunigungsspannung  $U$  ist. Von dem amerikanischen Autor werden weitere Messungen in diesem Spannungsbereich angekündigt, so daß zu einem späteren Zeitpunkt der experimentell gefundene Verlauf dieses Kurventeiles nachgetragen werden kann.

Ältere Messungen deutscher Autoren<sup>1</sup>, die bei 130 kV wirksamer Elektronengeschwindigkeit an Hautgeweben durchgeführt wurden, ergaben merkbare Beschädigungen des Gewebes bei Belastungen oberhalb etwa  $5 \cdot 10^{-6}$  Coul/cm<sup>2</sup>. Dieser Wert befindet sich in guter Übereinstimmung mit der Extrapolation für Sporen, trotzdem hier stark abweichende Lebens- und Strahlungsabsorptionsverhältnisse gegeben sind. Während es sich bei den Sporen um die Abtötung voneinander unabhängiger Mikroorganismen handelt, betrifft die Untersuchung

<sup>1</sup> GENTNER, W.: Untersuchungen über biologische Wirkungen von Kathodenstrahlen. II. Über physikalische Eigenschaften der Strahlung einer technischen Lenard-Coolidge-Röhre. Z. Strahlenthe. Bd. 42 (1931) Heft 1 S. 6. — GENTNER, W. u. F. SCHMIDT-LA BAUME: Untersuchungen über biologische Wirkungen von Kathodenstrahlen. III. Die Reaktion der Kaninchenhaut. Z. Strahlenthe. Bd. 51 (1934) Heft 1 S. 139.

der deutschen Autoren Zellkomplexe größerer Dicke, bei denen infolge der gemeinsamen Zugehörigkeit zu einem einzigen Organismus Schädigungen einzelner Zellen auch Rückwirkungen auf die Lebensbedingungen umliegender Zellen haben können.

Die *kritische Elektronenbelastung lebender Substanz* nach Art der vorstehend zugrunde gelegten Objekte *liegt für die üblichen Anodenspannungen der Elektronenmikroskope in der Größenordnung  $3 \cdot 10^{-6}$  Coul/cm<sup>2</sup>*. Die Elektronenbelastungen, mit denen für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-5}$  mm und insbesondere bei der Herstellung von Reihenaufnahmen bestenfalls gerechnet werden darf, liegen also  $1\frac{1}{2}$  bis 2 Größenordnungen höher als die Grenzbelastungen lebender Substanz. Zur Zeit muß also die Möglichkeit der Untersuchung lebender Substanz mit Elektronenmikroskopen verneint werden, wenn sich nicht andere Mikroorganismen oder Organismenteile auffinden lassen, die eine wesentlich bessere Widerstandsfähigkeit gegen Ionisierung aufweisen. Es erscheint jedoch nicht ausgeschlossen, daß die bestehende Lücke durch Besserung der Belastungsverhältnisse beim Elektronenmikroskop (starke Erhöhung der Beschleunigungsspannung, Verbesserung der Objektive, Verringerung der Abschwächungseinflüsse für die Stromdichte des Endbildes, Verbesserung der für Elektronenbestrahlung gültigen Daten photographischer Schichten) bald überbrückt wird. In der Zwischenzeit sind wir gezwungen, das Ultraviolettmikroskop (eventuell auch das Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop) mit seinem geringeren Auflösungsvermögen, aber auch einer geringeren Objektionisierung einzusetzen, um Feinstrukturuntersuchungen an lebender Substanz durchzuführen.



# E. Wichtige Größen für die Dimensionierung von Elektronenmikroskopen.

## I. Die Größe und Abschirmung störender Magnetfelder.

In früheren Abschnitten (B II 6 und C II 6) hat der Verfasser auf die Bedeutung der unvermeidlichen magnetischen Störfelder für Elektronenmikroskope hingewiesen und die durch Magnetfeldschwankungen eintretende Begrenzung des Auflösungsvermögens quantitativ angegeben. Beispielsweise darf die Änderung der magnetischen Feldstärke senkrecht zur optischen Achse am Ort des Strahlenganges für 3 mm Brennweite und die Annahmen der Abb. 45 etwa  $6 \cdot 10^{-6}$  Gauß (bzw.  $\mathfrak{H}_{\text{eff}} = 2 \cdot 10^{-6}$  Gauß bei magnetischen Wechselfeldern) nicht übersteigen, wenn ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm angestrebt wird. Um den ungefähren Betrag der Änderungen des magnetischen Gleichfeldes während der Bildbelichtungszeit und die Größenordnung der Streufelder unter den Verhältnissen der Praxis klarzustellen, wurden eine größere Anzahl Messungen durchgeführt, über die in den folgenden Zeilen berichtet werden soll. Diese Messungen ergeben zusammen mit der schon erwähnten Darstellung Abb. 45 eine zahlenmäßige Unterlage über die erforderliche Güte einer magnetischen Abschirmung der störepfindlichen Bereiche des Elektronenstrahlenganges.

### 1. Größe der Gleichfeldschwankungen.

Gut geeignet für die Messung der Änderungen des magnetischen Gleichfeldes am Ort des Mikroskopes ist die *magnetische Feldwaage* nach A. SCHMIDT<sup>1</sup>. Dieses handliche in Abb. 85 abgebildete Instrument besitzt eine Eigenperiode von etwa 2 s und ist daher nicht in der Lage, schnelleren Gleichwertänderungen zu folgen. Doch zeigen mit Streufeldmeßeinrichtungen gesammelte Erfahrungen, daß Schwankungserscheinungen mit einer kürzeren Periode als 2 s meist eine wesentlich kleinere Amplitude aufweisen als die langsameren Schwankungen. Es genügt daher, die mit der Feldwaage gemessenen langsameren Schwankungen als Unterlage zu benutzen. Mit dem Instrument können Schwankungen bis herab zu  $5 \cdot 10^{-6}$  Gauß abgelesen werden. In Lichterfelde mit einer Horizontalfeldwaage vom Verfasser gemessene typische Schwankungskurven sind in Abb. 86 abgebildet. Aus der Registrierung in der oberen Reihe ist zu ersehen, daß im Maximum mit Schwankungen von etwa  $5 \cdot 10^{-4}$  Gauß gerechnet werden muß. Diese starken Schwankungen wurden verursacht von einer in etwa 250 m Abstand fahrenden S-Bahn und wiederholen sich immer nur im Anschluß an die Abfahrtszeiten der Bahn von einem nahegelegenen Bahnhof. Durch Auswahl geeigneter Belichtungszeiträume gelingt es fast immer bei Vorhandensein eines weit überwiegenden Störers ähnlicher Art wie in Abb. 86 oben, normale Feldstärkenverhältnisse herbeizuführen. Eine andere Möglichkeit zur Abschwächung

<sup>1</sup> SCHMIDT, A.: Ein Lokalvariometer für die Vertikalintensität. Tätigkeitsber. kgl. preuß. Meteor. Inst. Berlin 1914 u. 1915.

solcher Störungen besteht darin, an Hand der Ablesungen in der Feldwaage die Stärke eines entsprechend gerichteten und gegenphasigen Hilfsfeldes so einzuregeln, daß die starken Auswanderungen des Feldstärkewertes kompensiert werden. Daß dieses Verfahren in Sonderfällen gute Dienste leisten kann, geht aus den in der Mitte und unten in Abb. 86 wiedergegebenen Registrierungen hervor. Durch entsprechende Ausrichtung der Feldwaage ist bei der mittleren Kurve die sonst überwiegende Störung fast unmerklich geworden. Das bedeutet, daß die hier vorherrschende S-Bahnstörung immer aus genau der gleichen Richtung einfällt, so daß eine Kompensation allein durch Amplitudenänderung des Hilfsfeldes gelingt. Trotzdem die Störkurven nur ganz lokale Bedeutung haben, schien ein ausführliches Eingehen zweckmäßig, da oft andere überwiegende Störquellen mit ähnlichen charakteristischen Merkmalen gegeben sein werden, die dann durch analoge Gegenmaßnahmen in ihrer Bedeutung abgeschwächt werden können. Bei ausgeschalteter S-Bahnstörung beträgt die Schwankung in dem sonst verhältnismäßig günstig gelegenen Lichterfelder Laboratorium bei Belichtungszeiten bis zu einer Stunde etwa  $2 \cdot 10^{-4}$  Gauß. Unter ungünstigeren lokalen Bedingungen kann die Änderung des Gleichfeldes bis auf das Zehnfache des eben genannten Betrages ansteigen, wie die in Abb. 87 wiedergegebene einem anderen Ort entsprechende Registrierung beweist.

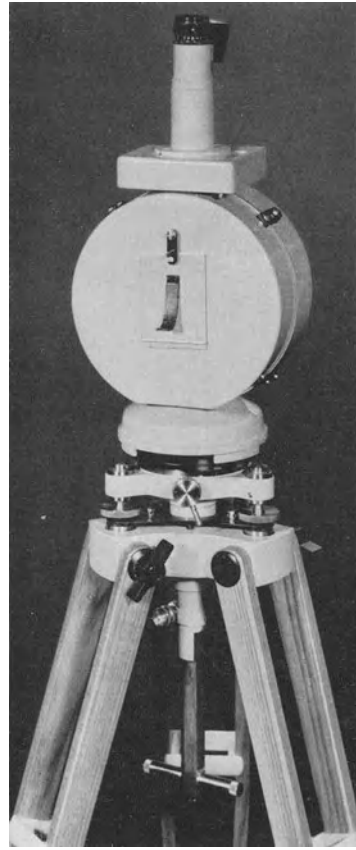


Abb. 85. Magnetische Feldwaage zur Messung der Horizontalintensität (Askania).

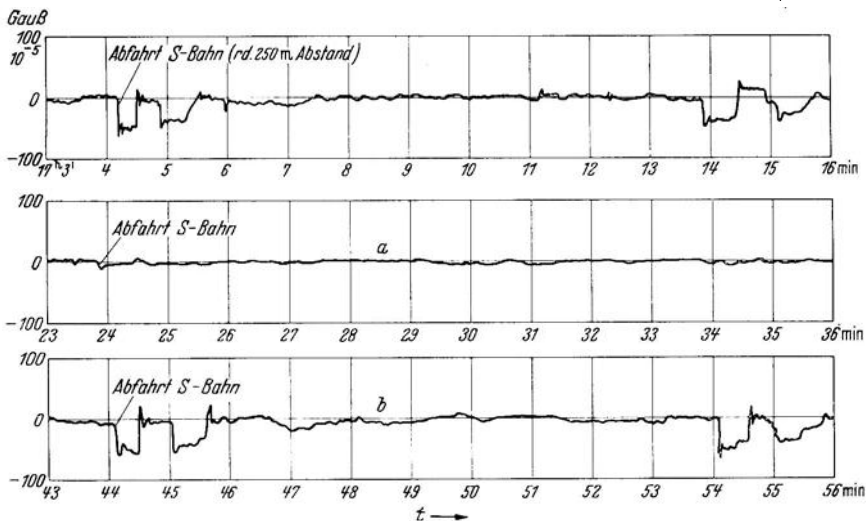


Abb. 86. Schwankung der Horizontalintensität bei Messung der Feldkomponente senkrecht zum Bahngleis (a) und parallel zum Bahngleis (b).

Die beiden Registrierungen geben, da sie sehr verschiedene Zeitmaßstäbe aufweisen, auch einige Gesichtspunkte zur Frage der Belichtungszeit. Man erkennt, daß mit nicht oder mangelhaft abgeschirmten Anordnungen hohe Auflösungsvermögen mit um so größerer Wahrscheinlichkeit erhalten werden, je kürzer die Belichtungszeit ist. Bei Belichtungszeiten von mehreren Stunden kann auch die tägliche Variation des erdmagnetischen Horizontalfeldes, die unter ungünstigen Umständen Werte bis zu  $7 \cdot 10^{-4}$  Gauß erreichen kann, sich aus dem allgemeinen Störpegel herausheben. In diesem Zusammenhang sei auch ausdrücklich auf die mit der Feldwaage leicht erkennbaren magnetischen Stürme hingewiesen, die bekanntlich Schwankungen des Erdfeldes bis zu  $8 \cdot 10^{-3}$  Gauß zur Folge haben. Während solcher *Störungszeiten ist es nicht ratsam, elektronenmikroskopische Arbeiten auszuführen.*

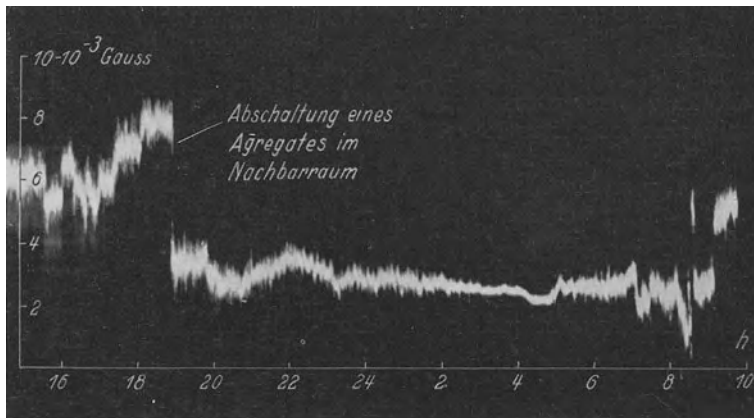


Abb. 87. Schwankung der Horizontalintensität über einen Zeitraum von mehreren Stunden unter ungünstigen lokalen Verhältnissen (Großstadt, Fabrikgebäude, unmittelbare Nähe von Straßenbahnen).

Soll das Gelingen der Bilder nicht dem Zufall überlassen bleiben, so muß, worauf schon früher hingewiesen wurde, auch zu erdmagnetisch normalen Zeiten eine hervorragende magnetische Schirmung vorgesehen sein. Beträgt die Feldstärkenänderung, mit der während der Belichtungszeit gerechnet werden muß, beispielsweise  $2 \cdot 10^{-4}$  Gauß, so muß für normale Mikroskopdaten eine *Abschirmung vorgesehen sein, die die Gleichfeldschwankung in den empfindlichen Bereichen der Elektronenbahnen mindestens im Verhältnis 30:1 abschirmt, wenn wieder ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm als Ziel gesetzt ist.*

## 2. Größe der 50-Perioden-Streifelder.

Die Messung der Streufeldstärke (insbesondere in der Umgebung von 50-Perioden-Anlagen,  $\omega \approx 300$ ) läuft darauf hinaus, die an den Enden einer Spule bekannter Fläche  $q$  (cm<sup>2</sup>) und Windungszahl  $n$  durch Induktion entstehende Spannung  $u_{\text{eff}}$  (V) in ihrem Wert festzustellen. Die gesuchte Feldstärke hat dann den Wert

$$\mathfrak{H}_{\text{eff}} = \frac{10^8 \cdot u_{\text{eff}}}{n \cdot q \cdot \omega}.$$

Wegen der Kleinheit der induzierten Spannung erfolgt die Messung zweckmäßig unter Einschaltung eines Verstärkers zwischen Indikator und Auffangspule. Um Fehler durch eigene Streufelder der Meßeinrichtung zu vermeiden, ist zweckmäßig einen Batterieverstärker sowie einen Indikator (z. B. Röhrenvolt-

meter) mit Batteriebetrieb zu benutzen. Weiterhin ist besonders bei Verwendung einer Auffangspule von hoher Windungszahl aus dünnem Drahtmaterial dafür zu sorgen, daß die Spule sowie die Zuleitung zur ersten Verstärkerstufe gut elektrostatisch abgeschirmt sind. Mit einer solchen Anordnung gelingt es leicht, Störfelder bis herab zu  $10^{-6}$  Gauß mit Spulen von wenigen  $d$  cm<sup>2</sup> Windungsfläche zu messen. Die Bestimmung der induzierten Spannung kann unter Vermeidung einer Verstärker- und Indikatoreichung einfach durch Vergleich mit einer an OHMSchen Spannungsteilern abgegriffenen 50-Periodenteilspannung von einstellbarer und bekannter Größe erfolgen. Mit einer solchen Meßanordnung wurden in einem alleinstehenden Hause z. B. folgende Streufelder gemessen:

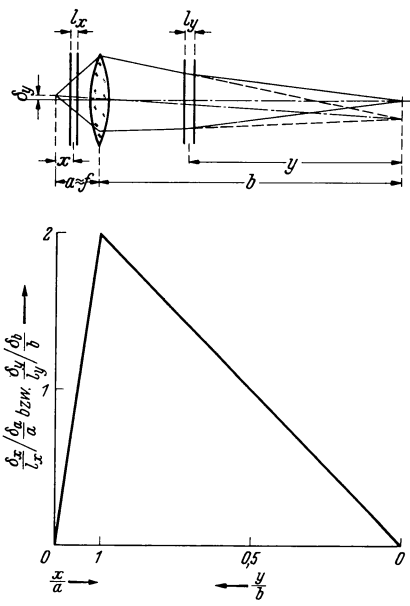
Nach völliger Abschaltung des Hausstromes betrug bei etwa 10 m Vertikalabstand von dem Elektrizitätszähler das Horizontalstreufeld, das bei vertikaler Bauart des Mikroskopes allein wirksam ist, im Mittel etwa  $2 \cdot 10^{-5}$  Gauß. Dies ist etwa der Streufeldwert, mit dem unter besonders günstigen Bedingungen und bei idealer Aufstellung der Stromquellen für das Mikroskop gerechnet werden darf. Im Stadtinnern, in Straßen mit elektrischen Verkehrsmitteln, in der Nähe oder gar im Innern von Fabrikgebäuden ist mit wesentlich höheren Grenzwerten zu rechnen, die sich nur am Ort selbst aus Messungen herleiten lassen. Die Anschaltung des Hausstromes und die Anschaltung der elektrischen Heizung für die Pumpanlage des Mikroskopes brachte am Ort des letzteren keine merkliche Erhöhung des Streufeldes, da schon bei Anlage aller Installationen auf bifilare Leitungsführung geachtet worden war. Die Anschaltung einer in 5 m Entfernung aufgestellten Hochspannungsanlage ließ am Ort des Mikroskopes Streufelder von  $8 \cdot 10^{-4}$  Gauß entstehen. Durch Anwendung je zweier genau gleichartig ausgeführter und gleichartig belasteter Hochspannungseinheiten konnte das in 5 m Abstand bestehende Streufeld von  $8 \cdot 10^{-4}$  Gauß auf  $5,5 \cdot 10^{-5}$  Gauß dadurch verringert werden, daß durch Vertauschung der Primäranschlüsse zu einer der beiden Einheiten eine Kompensation der Transformatorstreufelder bewirkt wurde. Solange die Hochspannungsanlage im gleichen Raum wie das Mikroskop aufgestellt werden soll, dürften wesentlich niedrigere Werte als  $5 \cdot 10^{-5}$  Gauß schwer zu erreichen sein. Es ist dies daher etwa der Mindestwert für das Streufeld, mit dem man praktisch rechnen kann.

Die bei magnetischen Elektronenmikroskopen erforderliche Konstanz der Hochspannung läßt sich fast nur unter Zwischenschaltung von Spannungsgleichhaltern zwischen Lichtnetz und Hochspannungsanlage erzielen. Die hierfür besonders geeigneten *magnetischen Spannungsgleichhalter* haben, wie auch theoretisch verständlich, ein besonders kräftiges Streufeld. Beispielsweise konnte von zwei in Serie geschalteten Gleichhaltern für 500 W Entnahme noch in 8 m Entfernung ein Streufeld von  $6 \cdot 10^{-4}$  Gauß festgestellt werden. Es erwies sich daher als zweckmäßig, die Gleichhalter etwa in 50 m Entfernung vom Mikroskop aufzustellen, damit ihr Streufeld in dem übrigen Streupegel unterging. *Zusammenfassend ist zu sagen, daß für normale Mikroskopdaten ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  und dem erwähnten Mindeststreufeldwert von  $5 \cdot 10^{-5}$  Gauß das 50-Periodenfeld etwa im Verhältnis 25 : 1 in den empfindlichen Zonen des Mikroskopes abgeschirmt werden muß.*

### 3. Die Verteilung der Störempfindlichkeit längs der Achse eines elektronenmikroskopischen Strahlenganges.

Zur wirtschaftlichen Bemessung des Abschirmaufwandes bei Elektronenmikroskopen ist die genaue Kenntnis der Empfindlichkeitsverteilung längs der Achse elektronenmikroskopischer Strahlengänge notwendig. Das zusammengefaßte Ergebnis einer Untersuchung dieser Verteilung bringt Abb. 88. Der

zugrunde gelegte Strahlengang ist oben in der Abbildung wiedergegeben. Das Schema stellt die dem zu betrachtenden Objekt benachbarte Stufe des Elektronenmikroskopes dar, und zwar ist angenommen, daß das Störfeld nur in einem schmalen Bereich der Länge  $l$  wirkt. Berechnet ist die Größe des in die Objektebene verlegten Abbildungsfehlers in Abhängigkeit von der Lage des Störfeldes auf der Achse. Die Darstellung gilt in gleicher Weise für das Elektronenmikroskop als auch für die Elektronensonden-Mikroskope. Bei dem Rastermikroskop hat sie insofern erhöhte Bedeutung, als bei dem letzteren nahe der Optik raumbanspruchende Mittel zur Ablenkung der Elektronensonde vorgesehen sein müssen, die die Durchführung einer Abschirmung erschweren. Die unten in Abb. 88 wiedergegebene Kurve zeigt die Empfindlichkeitsverteilung längs der Achse.



Aufgetragen ist in dieser Kurve die Empfindlichkeit an einer bestimmten Stelle  $x$  bzw.  $y$  des Strahlenganges im Verhältnis zur mittleren Empfindlichkeit eines über den ganzen Gegenstands- bzw. Bildraum wirkenden Störfeldes. Die maximale Empfindlichkeit ist in der Umgebung des Objektivs gegeben. Hier erreicht die Störfeldempfindlichkeit jeweils etwa den doppelten

$$\delta_x = \frac{x}{a} \cdot f \cdot \frac{\delta}{\sqrt{U}} \cdot \frac{l_x}{3.37} \quad \left(0 < x < a - \frac{l_x}{2}\right),$$

$$\delta_y = \frac{y}{b} \cdot f \cdot \frac{\delta}{\sqrt{U}} \cdot \frac{l_y}{3.37} \quad \left(0 < y < b - \frac{l_y}{2}\right),$$

$\delta_x$  bzw.  $\delta_y$  = Auflösungsvermögen bei Einwirkung des Störfeldes über die Länge  $l_x$  bzw.  $l_y$ ,

$\delta_a = \delta_b$  = Auflösungsvermögen bei Einwirkung des Störfeldes über die Länge  $a$  bzw.  $b$ .

Abb. 88. Empfindlichkeit gegen magnetische Störfelder längs der Achse des elektronenoptischen Strahlenganges.

Betrag der mittleren Empfindlichkeit der gesamten Abbildungsstufe. Trotz der sehr verschiedenen Längen von  $a$  und  $b$  ist die Gesamtempfindlichkeit vor und hinter dem Objektiv gleich groß. Bei elektrostatischen Linsen addieren sich die Störfelderamplituden der Gegenstands- und Bildseite, während bei magnetischen Linsen infolge der Bildfelddrehung eine vektorielle Addition vorzunehmen ist. Wird die Empfindlichkeitsverteilung im gleichen Maßstab aufgetragen, so zeigt sich, daß die Störemfindlichkeit auf der Objektseite des Objektivs um den Betrag der Vergrößerung (also beispielsweise 400mal) größer ist als die Störemfindlichkeit auf der vom Objekt abgekehrten Seite des Objektivs. Diese Feststellung ist von großer Bedeutung, denn gerade die magnetische Abschirmung des Raumes zwischen Objekt und Schwerpunkt des Objektivs (einer Strecke von wenigen Millimetern) ist sehr schwierig, weil dieser Raum noch teilweise vom starken magnetischen oder elektrischen Feldern erfüllt ist. Diese zur Abbildung beitragenden Feldkomponenten würde durch Abschirmhüllen von kleinem Durchmesser kritisch gestört werden. Zur Abschirmung dieser kurzen, äußerst störemfindlichen Strecke sind daher Schirmungen notwendig, die wesentliche Konstruktionsteile des Objektivs umfassen und die, um wirksam zu sein, einen erheblichen Materialaufwand bedingen. Der Abschirmfaktor, der im Raum vor

und hinter dem Objektiv benötigt wird, hat gleiche Größe. Erst in Abständen vom Objektiv, die größer sind als  $b/2$ , darf der Abschirmfaktor auf 0,5 des in der Umgebung des Objektivs benötigten Wertes hinuntergehen. Bei den Durchschnittsdaten der Elektronenmikroskope und den im vorausgegangenen Abschnitt angeführten Störfeldwerten, kann auf eine magnetische Abschirmung der übrigen, hier nicht besprochenen Teile des Strahlenganges in vielen Fällen verzichtet werden.

#### 4. Die Abschirmung statischer Magnetfelder durch Hohlzylinder.

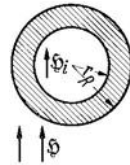
Aus dem Strahlengang von Elektronenmikroskopen folgt, daß in erster Linie Abschirmungen aus zylindrischen Hüllen in Frage kommen. Die Dimensionierung der Abschirmhüllen läuft darauf hinaus,

durch Auswahl von Materialien mit möglichst hoher Anfangspermeabilität und ausreichender Wandstärke eine möglichst gute, magnetische Leitfähigkeit der Hülle sicherzustellen. Über die Berechnung der Abschirmwirkung zylindrischer Hüllen liegen bereits ältere Arbeiten<sup>1</sup> vor. Für die Berechnung der Abschirmwirkung gelten die in Abb. 89 zusammengestellten und auf Grund praktisch zulässiger Vereinfachungen gewonnenen Beziehungen. Mit gegebenem Materialaufwand ist eine um so bessere Abschirmung zu erzielen, je höher die wirksame Anfangspermeabilität gehalten und je kleiner der Durchmesser des abzuschirmenden Hohlraumes ist.

A. Einfache Abschirmung.

$$\eta = \frac{\mathfrak{H}_i}{\mathfrak{H}} = \text{Schwächungskoeffizient,}$$

$$\eta \approx \frac{4}{\mu} \frac{R^2}{R^2 - r^2} \quad (\mu \gg 1).$$



B. Doppelte Abschirmung.

$$\eta \approx \eta_1 \cdot \eta_2 \cdot \frac{r_2^2}{r_2^2 - R_1^2} \quad (r_2 > R_1),$$

$$\eta_1 = \frac{4}{\mu} \frac{R_1^2}{R_1^2 - r_1^2},$$

$$\eta_2 = \frac{4}{\mu} \frac{R_2^2}{R_2^2 - r_2^2}.$$

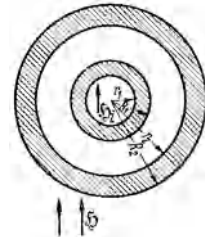


Abb. 89. Die Abschirmung statischer Magnetfelder durch Hohlzylinder aus hochpermeablem Material.

gegebenem Materialaufwand ist eine um so bessere Abschirmung zu erzielen, je höher die wirksame Anfangspermeabilität gehalten und je kleiner der Durchmesser des abzuschirmenden Hohlraumes ist.

Für den Fall der *Abschirmung durch mehrere Hüllen* ist zu der Darstellung die weitere Voraussetzung hinzuzufügen, daß der Wert der Radiendifferenz  $r_2 - R_1$  eine gewisse Größe gegenüber  $r_2$  nicht unterschreitet. Bei mehrfachen Abschirmungen ist die günstigste räumliche Anordnung der Hüllen dann erreicht, wenn der Abstand der Hüllen gleich ihrer Wandstärke ist. Die Verteilung der Wandstärken folgt aus der weiteren Bedingung, daß jede Hülle für sich genommen den gleichen Schwächungskoeffizienten ergeben soll, um optimale Verteilung des Materialaufwandes zu gewährleisten. Bei Hintereinanderschaltung mehrerer Hüllen nehmen die Wandstärken und die Zwischenräume nach außen in einer geometrischen Reihe zu.

Quantitative Unterlagen über praktisch erreichbare Schwächungskoeffizienten vermitteln die im folgenden ausgerechneten beiden Beispiele:

I. Abschirmung zwischen Hauptobjektiv und zweiter Linse.

$$\mu = 3000; \quad r = 1,0 \text{ cm}; \quad R = 1,075 \text{ cm}; \quad \eta = 0,01.$$

II. Abschirmung eines größeren Raumés.

$$\mu = 3000; \quad r = 8,0 \text{ cm}; \quad R = 8,95 \text{ cm}; \quad \eta = 0,0066.$$

<sup>1</sup> Vgl. ESMARCH: Ann. Phys., Lpz. (4) Bd. 39 (1912) S. 1553.

Dem Beispiel I liegen Abmessungen und Zahlenwerte zugrunde, die sowohl bei dem Elektronenmikroskop als auch bei Elektronensonden-Mikroskopen in großen Bereichen des Strahlenganges leicht zu verwirklichen sind. Bei dem angegebenen Durchmesser des Abschirmzylinders ergibt bereits die Wandstärke von 0,75 mm einen Schwächungskoeffizienten von 0,01. Hierbei ist, ebenso wie in dem Beispiel II, ein Wert für die Anfangspermeabilität von nur  $\mu = 3000$  angesetzt, der eine erhebliche Sicherheit gegenüber den in der Literatur<sup>1</sup> für moderne Nickel-Eisenlegierungen (z. B. Permalloy C, Heraeus) genannten Werten von  $\mu = 10000$  bis 12000 gewährleistet.

In dem Beispiel II sind die Größen im Hinblick auf die Verhältnisse bei der Abschirmung der von der Objektivkonstruktion umschlossenen Bereiche des Strahlenganges und bei der Abschirmung des Ablenkraumes des Rastermikroskopes gewählt. Das Beispiel II zeigt, daß trotz des großen Raumes bereits durch eine einzige Abschirmhülle eine Schwächungskoeffizient von 0,0066 erreichbar ist, wenn die Wandstärke auf den Wert 9,5 mm gesteigert wird.

Für die praktische Ausführung der Abschirmung größerer Räume empfiehlt es sich nicht, die Abschirmung massiv aus Materialien hoher Wandstärke herzustellen, da bei ihnen eine Verringerung der magnetischen Leitfähigkeit durch Stoßfugen und durch Einflüsse bei der Verarbeitung und beim Gebrauch leicht entstehen kann. Wesentlich zweckmäßiger ist die Wickelung der Abschirmhüllen aus einem dünnen (z. B. 0,1 mm starken) Band, bis schließlich die erforderliche Wandstärke erreicht ist.

Wenn auch bei genau symmetrischer Lage von Abschirmzylindern und Elektronenstrahlengang an dem Übergang von einer engen Abschirmhülle zu einer weiten Abschirmhülle kein Streufeld entstehen kann, das seitliche Ablenkungen hervorruft, so empfiehlt es sich doch, um die Empfindlichkeit gegen Unsymmetrien herabzusetzen, die Übergangszone durch flanschähnliche Zwischenteile aus hochpermeablem Material zu überbrücken. Bei der praktischen Ausführung ist besonders darauf zu achten, daß die entstehenden Stoßfugen völlig symmetrisch zur Achse ausgeführt sind, da sonst horizontal wirkende, durch die Vertikalintensität des magnetischen Erdfeldes hervorgerufene Streufelder entstehen können.

Die beiden Beispiele zeigen in Verbindung mit den oben angegebenen Zahlenwerten für Störfeldstärke und Störempfindlichkeit, daß es mit erlaubtem Materialaufwand gelingt, ausreichende Schwächungskoeffizienten für Gleichfeldschwankungen zu verwirklichen.

## 5. Die Abschirmung magnetischer Wechselfelder durch Hohlzylinder.

Über die *Abschirmung magnetischer Wechselfelder* durch zylindrische Hüllen liegt eine sehr ausführliche Arbeit<sup>2</sup> vor. Für den Fall einer konstanten mittleren Permeabilität vermittelt die in Abb. 90 gegebene und der zitierten Arbeit entnommene Kurvenschar zahlenmäßige Unterlagen zur Berechnung der jeweilig zu erwartenden Abschirmwirkung. Ein auf Grund dieser Darstellung durchgerechnetes Beispiel, dessen Bestimmungsgrößen mit dem oben für Gleichfeldänderungen angegebenen Beispiel I übereinstimmen, ist in dem folgenden Beispiel III gebracht:

<sup>1</sup> Heraeus Vakuumschmelze AG., Hochmagnetische Legierungen aus Nickel-Eisen für Meßgeräte und Meßwandler. Arch. techn. Messen, Firmenblatt Z 913/2.

<sup>2</sup> LUBSZYNSKI, H. G.: Über Messung und Abschirmung magnetischer Störfelder, insbesondere beim Kathodenstrahloszillographen. Diss. Techn. Hochschule Berlin 1932.

III.

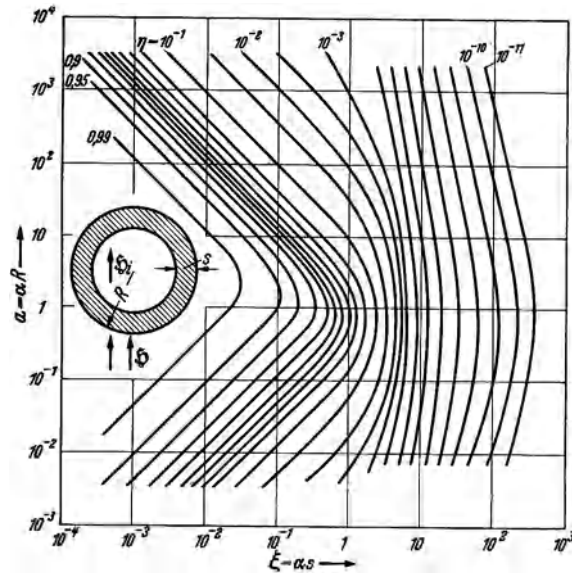
$$\mu = 3000; \quad \kappa = 10^5; \quad f = 50; \quad \alpha = 2 \cdot 10^{-4} \sqrt{10^5 \cdot 3 \cdot 10^3 \cdot 50} = 24,6;$$

$$R = 1,075; \quad s = 0,75; \quad \alpha R = 26,5; \quad \alpha s = 18,5; \quad \eta \approx 10^{-7}.$$

Während der Schwächungskoeffizient für Gleichfeld  $10^{-2}$  war, beträgt der Schwächungskoeffizient für 50-Periodenwechselfelder  $10^{-7}$ . Man erkennt, daß Anordnungen, die eine wirksame Schirmung für statische Felder besitzen, eine

noch um viele Größenordnungen bessere Schirmung für Wechselfelder aufweisen. Zwar sind Fälle denkbar, wo entgegen den beschriebenen Verhältnissen die Wechselfelder wesentlich größer sind als die unvermeidlichen Gleichfeldänderungen. In diesem Zusammenhang sei z. B. an die konstruktive Vereinigung von Hochspannungsquelle und Elektronenmikroskop erinnert. Doch dürfte in allen praktisch vorkommenden Fällen der Feldstärkeunterschied kaum Größenordnungen erreichen. Im allgemeinen genügt es daher, die *Abschirmung nur im Hinblick auf Gleichfeldschwankungen* zu bemessen.

Durch Einwirkung von Justiermagneten und von den Magneten der Elektronenlinsen auf die zur Abschirmung vorgesehenen Hüllen, aber auch auf sonstige Eisenteile der Elektronenmikroskopanlage kann leicht eine Dauermagnetisierung entsprechender Zonen hervorgerufen werden. Solche Dauermagnetisierungen führen zu wenig definierten Ablenkungen oder Störungen des Strahlenganges. Die Schädlichkeit der Ablenkungen und Störungen ist besonders deswegen groß, weil die Stärke der Magnetisierung in der Regel nicht konstant ist, sondern langsam abnimmt. Hierdurch kann bei längeren Belichtungszeiten schon eine Abnahme des Auflösungsvermögens bewirkt werden. Daher empfiehlt es sich, grundsätzlich vor dem Zusammensetzen der Eisenteile zu prüfen, ob diese merkbar vormagnetisiert sind oder nicht. Ist das erstere der Fall, so muß unbedingt für *Entmagnetisierung* des betreffenden Teiles vor der Verwendung gesorgt werden. Eine Entmagnetisierung von Eisenteilen gelingt besonders leicht, indem diese in die Nähe der Feldspule einer Wirbelstromglühleinrichtung gebracht werden. Auch mit Hilfe von Wechselfeldern mit nur 50 Perioden



$$\eta = \frac{\delta_i}{\delta} = \text{Schwächungskoeffizient, Durchlässigkeit.}$$

Figur zur Bestimmung von  $\eta^1$ .  
(Kurven  $\eta = \text{konst.}$  im  $a - \xi$ -Diagramm).

- $R$  = Außenradius des Zylinders in cm,
- $s$  = Wandstärke des Zylinders in cm,
- $\kappa$  = Leitfähigkeit des Zylinders in  $\Omega^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ,
- $\mu$  = mittlere Permeabilität des Zylinders,
- $f$  = Frequenz des el.-magn. Wechselfeldes in Hz,
- $\alpha \approx 2 \cdot 10^{-4} \sqrt{\kappa \mu f}$  = Hilfsgröße zur Auswertung der Figur.

Abb. 90. Die Abschirmung elektromagnetischer Wechselfelder durch metallische Hohlzylinder.

<sup>1</sup> Nach B. v. BORRIES und H. G. LUBSZYNSKI.



kann die Entmagnetisierung vorgenommen werden. Eine Einrichtung mit Transformator und Feldspule zur Entmagnetisierung von Eisenteilen ist in Abb. 91 abgebildet. Um die erforderlichen hohen Feldstärken zu erzeugen, müssen durch die Feldspule Ströme von vielen tausend Ampere fließen. Diese Ströme werden am einfachsten der Sekundärwicklung eines Transformators für Punktschweißmaschinen entnommen. Bei der Entmagnetisierung mit 50 Periodenfeldern ist darauf zu achten, daß das Feld nicht plötzlich, sondern ganz allmählich verschwindet. Bei plötzlicher Unterbrechung durch Ausschalten des Transformators oder schnelles Herausnehmen des Eisenteiles aus der Feldspule kann sogar eine

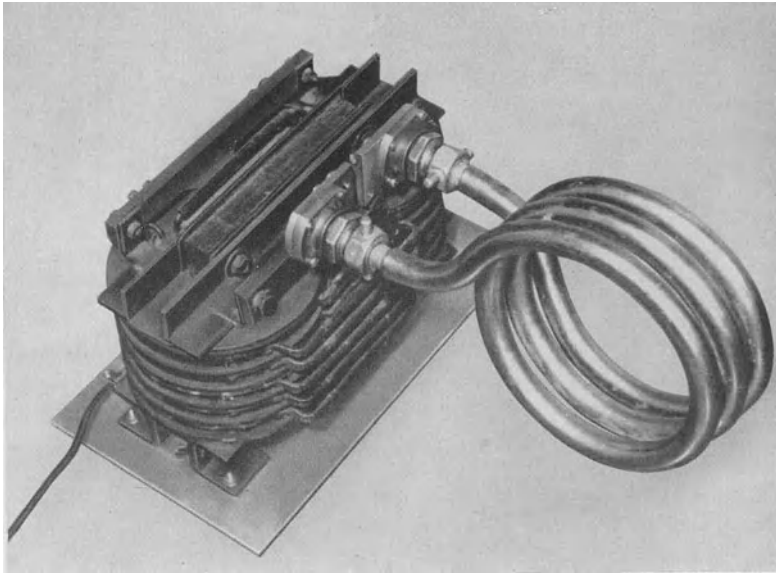


Abb. 91. Einrichtung zur Entmagnetisierung von Eisenteilen.

Magnetisierung entstehen. Eine sehr wirksame Entmagnetisierung wird dann erzielt, wenn das betreffende Eisenrohr oder -teil langsam, das heißt im Verlaufe einiger Sekunden, durch die Feldspule hindurchgezogen wird.

## II. Das Auflösungsvermögen photographischer Schichten für Elektronenstrahlung.

Die genaue Kenntnis der *Größe* und die *Steigerung des Auflösungsvermögens photographischer Schichten* für Elektronenstrahlung<sup>1</sup> ist, wie aus den Kapiteln B II 9 b, C II 9 b und D II 2 hervorgeht, von großer Bedeutung für die Dimensionierung und Eigenschaften von Elektronenmikroskopen. Unter der Voraussetzung, daß die Vergrößerung eines Elektronenmikroskopes dem jeweiligen Auflösungsvermögen der zur Registrierung benutzten photographischen Schicht angepaßt wird, berechnet sich die im Elektronenmikroskop *wirksame Empfindlichkeit* der photographischen Schicht zu:

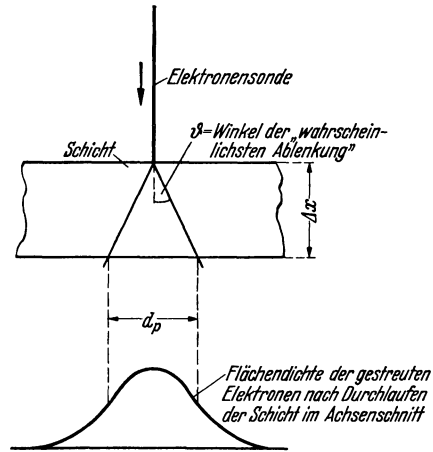
$$E_w = E \cdot \left( \frac{d_{p_0}}{d_p} \right)^2.$$

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Das Auflösungsvermögen photographischer Schichten für Elektronenstrahlung. Z. Phys. Bd. 114 (1939) Heft 5/6 S. 379.

Hierin bedeutet  $E$  die normale Elektronenempfindlichkeit der photographischen Schicht, das heißt jene aufgefallene Ladungsdichte, die notwendig ist, um bei gegebener Voltgeschwindigkeit der Elektronen eine bestimmte Schwärzung zu erzielen.  $d_{p_0}$  und  $d_p$  sind die Zahlenwerte des Auflösungsvermögens der miteinander zu vergleichenden Photoschichten, wobei beispielsweise  $d_{p_0}$  dem Auflösungsvermögen einer als Standard angenommenen Schicht entsprechen möge. Als Auflösungsvermögen soll die *kleinste Halbwertsbreite* eines *Elektronenstriches* bei gerade noch ausreichender Gesamtschwärzung definiert werden.

### 1. Die theoretische Abschätzung des Auflösungsvermögens.

Über das Auflösungsvermögen photographischer Schichten bei Bestrahlung mit Licht sind bereits im Hinblick auf Probleme der Tonaufzeichnung, der Kleinbildphotographie, der Spektrographie und der Astrophysik sehr eingehende Untersuchungen veröffentlicht worden<sup>1</sup>. Bei Lichtstrahlung hängt das Auflösungsvermögen außer von der Körnigkeit der unentwickelten Schicht hauptsächlich von Faktoren wie Sensibilisierung, Schutzfärbung, Lichtfarbe und Schichtdicke ab, die die Diffusion der photochemisch wirksamen Strahlungskomponenten in der Schicht bestimmen. So konnte beispielsweise KÜSTER in seiner zitierten Arbeit nachweisen, daß das Auflösungsvermögen bei gleicher Größe der Bromsilberkörner und bei gleicher Körnigkeit der entwickelten Schichten sehr verschieden sein kann. Bei Elektronenstrahlung ist eine ähnliche Sachlage gegeben, nur tritt an die Stelle der Lichtdiffusion in der Schicht die räumliche Streuung der Elektronen in der Schicht. Da die Schwärzung durch die von den Elektronen ausgelöste Röntgenstrahlung gegenüber der reinen Elektronenschwärzung bei den weiter unten vorausgesetzten Voltgeschwindigkeiten der Elektronen stets vernachlässigt werden kann, genügt es zur theoretischen Abschätzung des im günstigsten Falle erreichbaren Auflösungsvermögens die räumliche Verteilung allein der Elektronenstrahlung in der Schicht zu berücksichtigen und zu berechnen.



$$\vartheta = \frac{8,0}{U} \cdot \frac{U + 511}{U + 1022} \cdot Z \cdot \sqrt{\frac{\rho \cdot \Delta x}{A}}$$

$$d_p = 2 \Delta x \cdot \text{tg } \vartheta,$$

$U$  = Beschleunigungsspannung in kV,

$Z$  = Ordnungszahl,

$\rho$  = Dichte,

$A$  = Atomgewicht,

$\Delta x$  = Schichtdicke in  $10^{-3}$  mm.

Abb. 92. Die verschiedenen Bestimmungsgrößen der Elektronenvielfachstreuung in einer homogenen Schicht.

Rechnungen über die räumliche Streuung von Elektronen sind schon in den Kapiteln B II 5 und D I 1 gebracht worden. Die verschiedenen Größen des hier maßgebenden Vorganges der Elektronenvielfachstreuung in einer homogenen Schicht sind aus der Darstellung Abb. 92 zu entnehmen. Unter Zugrundelegung dieser Größen läßt sich der Wert des Auflösungsvermögens (bei Vernachlässigung der Kornstruktur!) abschätzen. Hierzu wird in Übereinstimmung mit den unten

<sup>1</sup> Vgl. z. B. A. KÜSTER: Über die Körnigkeit und das Auflösungsvermögen photographischer Schichten. Veröff. der AGFA Bd. 3 (1933) S. 93. — KIENLE, H.: Photographische Photometrie. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 26, S. 647. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft 1937.

gebrachten Meßergebnissen weiter angenommen, daß der Durchmesser des mittleren Streukegels in der Schicht mit dem Öffnungswinkel  $\vartheta$  etwa gleich der Halbwertsbreite der Schwärzungsspur, das heißt gleich dem Auflösungsvermögen ist.

Für ein *Photomaterial gegebener Schichtdicke* ist nach der Theorie zu erwarten, daß bei kleinen Voltgeschwindigkeiten der Elektronen zunächst ein großes Auflösungsvermögen besteht, weil dann die Elektronen nur in die Oberfläche der Schicht eindringen und auch in seitlicher Richtung in ihrer Bewegung gehemmt sind. Mit zunehmender Beschleunigungsspannung dringen die Elektronen tiefer und tiefer in die Schicht ein, bis schließlich die ganze Schicht durchstrahlt wird.

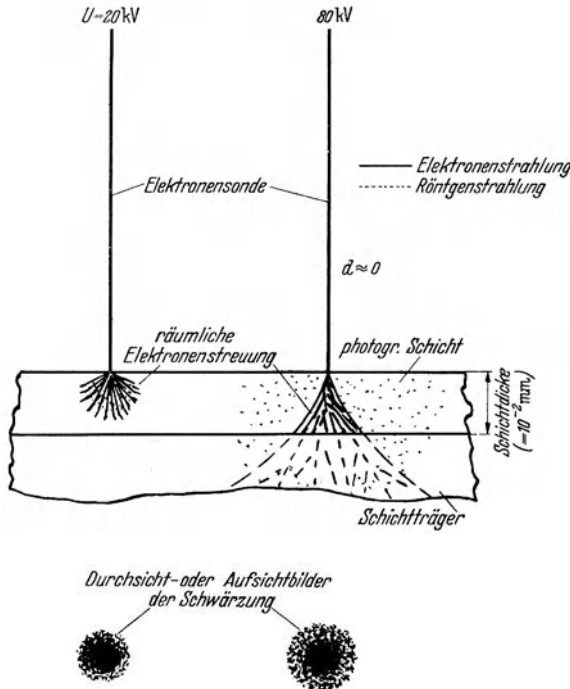


Abb. 93. Begrenzung des Auflösungsvermögens einer Photoschicht durch räumliche Elektronenstreuung bei verschiedenen Anodenspannungen.

Zwei charakteristische Fälle sind — ungefähr maßstäblich — in Abb. 93 dargestellt. Das *Auflösungsvermögen durchläuft ein Minimum*, das etwa dann erreicht ist, wenn die Eindringtiefe der Elektronen einen Betrag annimmt, der etwas größer ist als die Schichtdicke. Bei weiterer Steigerung der Anodenspannung nimmt mit dem Anwachsen der Durchdringungsfähigkeit der Elektronenstrahlung der größte Durchmesser des Streukegels in der Schicht wieder ab und damit das Auflösungsvermögen wieder zu.

Für die *Bemessung der Photoschicht* folgt aus vorstehenden Betrachtungen die Überlegenheit von Schichten kleinster Dicke. Besonders vorteilhafte Ergebnisse

sind mit solchen Schichten (Schumann-Schichten)<sup>1</sup> zu erwarten, die neben der photochemisch aktiven Substanz (Bromsilber) keine die Elektronen nutzlos zerstreuernde Bindemittelsubstanz (Gelatine) enthalten und die infolge der dichten Packung der Bromsilberkörner auch bei sehr kleiner Schichtdicke große maximale Schwärzungen zu erreichen gestatten.

## 2. Untersuchung des Auflösungsvermögens mit der Elektronensonde.

Zur *experimentellen Untersuchung* des *Auflösungsvermögens* photographischer Schichten für Elektronenstrahlung erwies sich die vom Verfasser angegebene *Elektronensonde submikroskopischer Feinheit* als sehr geeignet. Die Untersuchung erfolgte in der Weise, daß die Spitze der Elektronensonde über die betreffende

<sup>1</sup> Die Anwendung dieser Schichten zur Registrierung von Elektronenstrahlung ist schon früher aus einem anderen Grunde (höhere Empfindlichkeit, insbesondere gegen langsame Elektronen) häufiger empfohlen worden.

photographische Schicht im Vakuum bewegt und nach der Entwicklung die Verteilung der Kornschwärzung betrachtet bzw. die Halbwertsbreite des erhaltenen Striches mikrophotometrisch bestimmt wurde. Dieses experimentelle Vorgehen hat den Vorteil, daß zugleich auch der theoretisch schwer berechenbare Einfluß der Korngröße und der Körnigkeit miterfaßt wird. Um nicht nur die wirksame Schwärzungsverteilung kennenzulernen, sondern um gleichzeitig auch die Vorgänge der Elektronenabsorption und Elektronenstreuung in der Schicht mit zu beobachten, wurden *Mikrotomschnitte* von mit der Sonde bestrahlten photographischen Schichten hergestellt und mikrophotographiert. Damit keine Verbreiterung der Sondenspur durch Überbelichtung entsteht, ist bei allen im folgenden Abschnitt gezeigten Aufnahmen die Bestrahlungsstärke, das heißt die Sondenintensität und die Geschwindigkeit der Sondenbewegung so eingeregelt worden, daß eine gerade noch ausreichende Schwärzung sich ergab.

### 3. Ergebnisse mit normalen Photoschichten und bindemittelfreien Schichten.

Nach der angegebenen Methode wurde eine Anzahl handelsüblicher photographischer Platten, Filme und Papiere untersucht. *Mikrophotographien der Sondenspur* bei drei verschiedenen Voltgeschwindigkeiten der Elektronen sind in den Abb. 94<sup>1</sup>, 95 und 96 wiedergegeben. Wegen der gegenüber Platten und Filmen geringeren Schichtdicke und wegen der leichten Schneidbarkeit wurden diese Aufnahmen an einem Papier ausgeführt. In Übereinstimmung mit der Theorie nimmt bei der hier bestehenden Schichtdicke von etwa  $10^{-2}$  mm das Auflösungsvermögen mit (von 10 kV auf 20 bzw. 50 kV) steigender Anodenspannung ab. Die zunehmende Eindringtiefe der Elektronen in die photographische Schicht und ihre zunehmende Streuung ist aus den Mikrotomschnittbildern<sup>2</sup> sehr schön zu erkennen. Sehr gut kommt aus der Aufnahme Abb. 94 auch die mit kleiner Elektronengeschwindigkeit nur erreichbare kleine maximale Schwärzung zum Ausdruck. Diese rührt bekanntlich daher, daß nur die in den Oberflächenschichten liegenden Körner von den Elektronen erreicht werden. In Abb. 96 unten ist deutlich die in tiefer liegenden Schichten stark zunehmende Breite der geschwärzten Zone zu sehen. Aus der Betrachtung dieses Schnittbildes oder aus der Theorie kann ein einfacher Kunstgriff zur Steigerung des Auflösungsvermögens einer Photoschicht gegebener Dicke für hohe Voltgeschwindigkeiten hergeleitet werden, der darin besteht, *durch vorzeitige Unterbrechung der Entwicklung* (unter Anwendung von konzentriertem Entwickler) nur die nahe der Oberfläche gelegenen Bromsilberkörner zu entwickeln.

Zahlenwerte über das Auflösungsvermögen der untersuchten Papierschicht in Abhängigkeit von der Anodenspannung vermittelt die Tabelle I unter der Voraussetzung einer völligen Durchentwicklung der Schicht.

Tabelle I. Das Auflösungsvermögen als Funktion der Voltgeschwindigkeit von Elektronen für ein hoch empfindliches Bromsilberpapier (Oszilox der Technophot).

Anodenspannung in kV . . . . .	10	20	35	50	80
Auflösungsvermögen in $10^{-3}$ mm . . . . .	2	7	14	17	10

<sup>1</sup> In Abb. 94 ist aus apparativen Gründen nur mit einer Sonde der Schärfe  $6 \times 10^{-3}$  mm gearbeitet worden, so daß das Auflösungsvermögen hier nur aus der Randschärfe der Sondenspur hergeleitet werden konnte.

<sup>2</sup> Schnittbilder bei Bestrahlung der *ganzen* Schichtfläche mit Elektronen finden sich bereits bei W. SEITZ u. G. HARIG: Phys. Z. Bd. 30 (1929) S. 758.

Für die dickeren Schichten von Filmen und Platten (etwa  $2 \cdot 10^{-2}$  mm) liegt bei den höheren Spannungen das Auflösungsvermögen noch um einen Faktor 1,5 bis 2 ungünstiger.

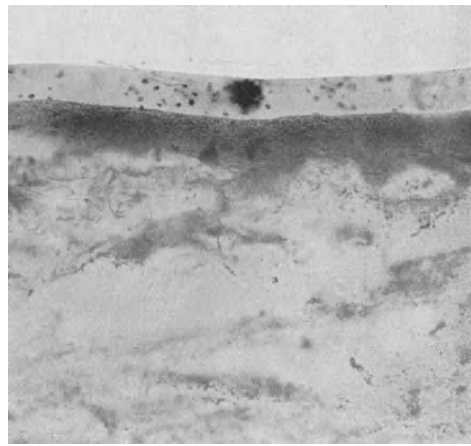
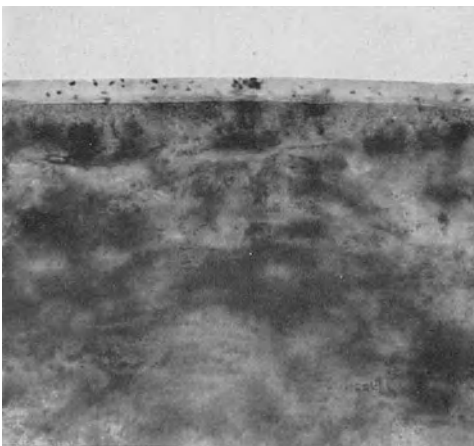
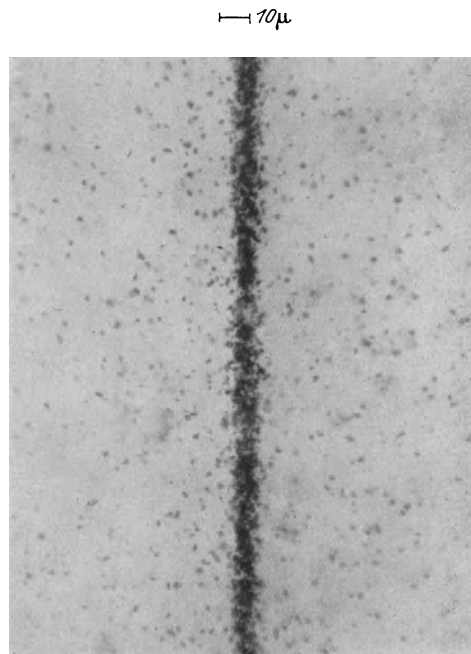
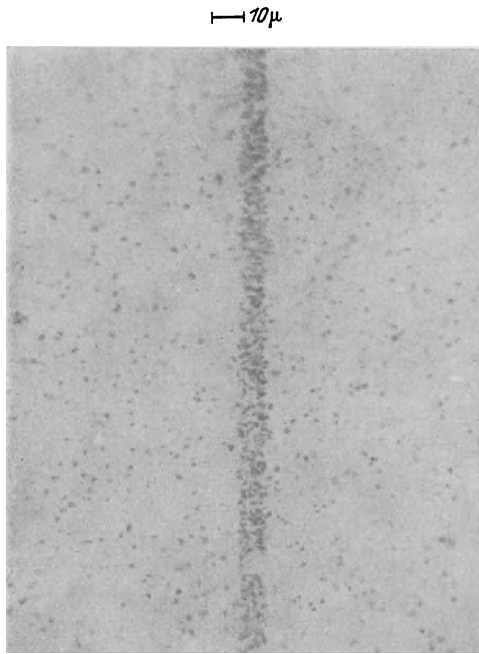


Abb. 94. Verteilung der Kornschwärzung nach Bestrahlung mit einer 10 kV-Elektronen-sonde. (Oszilloschicht.)

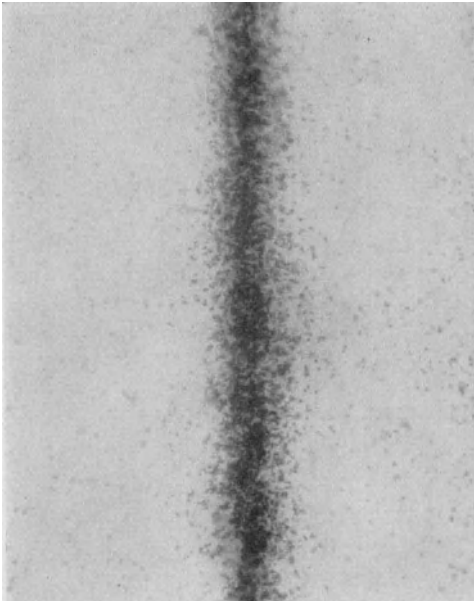
Abb. 95. Verteilung der Kornschwärzung nach Bestrahlung mit einer 20 kV-Elektronen-sonde. (Oszilloschicht.)

Außerordentlich positive Ergebnisse wurden bei Versuchen mit *Schumann-Schichten* (Dicke etwa  $2,5$  bis  $10^{-3}$  mm) erhalten<sup>1</sup>. Das Mikrophotogramm der Spur einer 50 kV-Elektronen-sonde auf einer älteren Agfa-Schumann-Platte

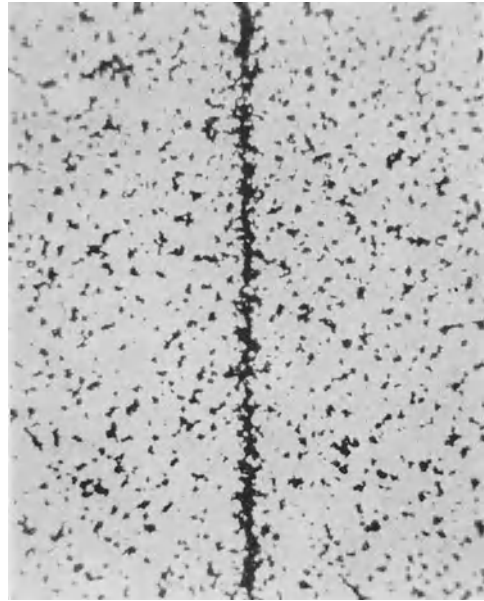
<sup>1</sup> Näheres über Behandlung älterer Schumann-Schichten vgl. H. Вомке: Vakuumspektroskopie, S. 12. Leipzig: Johann Ambrosius Barth 1937.

zeigt Abb. 97. Bei dieser Aufnahme tritt die grobkörnige Struktur der betreffenden, normal entwickelten Schumann-Schicht bereits recht störend in die Erscheinung. (Die außerhalb der SONDENSPUR in Abb. 97 sichtbaren, geschwärtzten

— 10μ



— 10μ



— 10μ

Abb. 96. Verteilung der Körnschwärzung nach Bestrahlung mit einer 50 kV-Elektronenonde. (Osziloxschicht.)

Abb. 97. Spur einer 50 kV-Elektronenonde auf einer Agfa-Schumann-Platte. (Auflösungsvermögen etwa  $3 \cdot 10^{-3}$  mm.)

Körner müssen bei der Beurteilung der Qualität dieser Registrierung unbeachtet bleiben, da es sich hier um Schleierkörner infolge langer Lagerung des Materials handelt.) Noch wesentlich vorteilhafter verhält sich eine neuere Schicht, die von der Agfa unter der Bezeichnung „Schumann-Hart“ in den Handel gebracht wird. Bei feinkörniger Entwicklung (geeignete  $p_H$ -Werte sind beispielsweise bei 1 : 50 verdünntem Rodinalentwickler gegeben) besitzt diese Schicht einen Korn-durchmesser von etwa 20% des Korn-durchmessers in der Abb. 97. Diese neue Schumann-Platte, die bei fast allen in diesem Buch enthaltenen Elektronenaufnahmen des Verfassers benutzt

wurde, hat den großen Vorteil, daß sie während des Entwicklungs-, Wässerungs- und Fixierprozesses wesentlich robuster gehandhabt werden kann als die alten Schumann-Schichten. Das bessere Haften der Bromsilberkörner auf der Unterlage, das diesen Fortschritt ermöglichte, ist darauf zurückzuführen, daß die Körner nicht unmittelbar auf der Glasschicht, sondern auf einer Gelatinehaut

liegen. Trotz des Bestehens dieser bereits vorzüglich geeigneten Platten erscheint es aussichtsreich, noch feinkörnigere bindemittelfreie Schichten eigens für elektronenmikroskopische Zwecke zu schaffen. Versuche in dieser Richtung wurden mit bindemittelfreien Lippmann-Schichten vom Verfasser eingeleitet.

Stehen Spezialplatten nicht zur Verfügung, so empfiehlt es sich nach dem Vorgehen von ASTON<sup>1</sup>, aus normalen feinkörnigen Schichten die Bindegelatine herauszulösen. Die Platten werden zu diesem Zweck in verdünnter Schwefelsäure (z. B. Akkumulatorensäure von der Dichte 1,225, die man mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt) bei Zimmertemperatur (nicht unter 16° C) in horizontaler Lage 12 h lang (am besten über Nacht bei völliger Ruhe) in der Dunkelkammer gebadet. Anschließend werden die Platten noch 1 h gewässert, getrocknet und dann wie gewöhnliche Schumann-Platten benutzt.

Das Auflösungsvermögen feinkörniger, bindemittelfreier Schichten ist mindestens 6mal so groß als das Auflösungsvermögen der oben untersuchten Papierschicht unter gleichen Bedingungen (Abb. 96), das heißt etwa  $2,5$  bis  $3,0 \cdot 10^{-3}$  mm. Da die normale Empfindlichkeit der modernen bindemittelfreien Platten für Voltgeschwindigkeiten der angegebenen Größenordnung ungefähr gleich groß ist wie die des hochempfindlichen Papiers, das Auflösungsvermögen aber 6mal so groß, so folgt daraus, nach der obigen Beziehung, daß die *wirksame* Empfindlichkeit der bindemittelfreien Schichten in Elektronenmikroskopen etwa 36mal so groß ist wie die Empfindlichkeit der bisher günstigsten Schichten des Handels. Die Einführung der *bindemittelfreien Photoschichten in die Technik der Übermikroskopie bedeutet daher eine Zunahme der Intensitätsreserve um etwa eineinhalb Größenordnungen*. Zur Steigerung des Auflösungs- und Erkennungsvermögens (Dunkelfeldbilder!) und zur Senkung der Objektbelastung hat diese Zunahme bei den Arbeiten des Verfassers wesentlich beigetragen.

### III. Das Auflösungsvermögen von Leuchtschirmen für Elektronenstrahlung.

Elektronenmikroskope arbeiten im allgemeinen in der Weise, daß die für das menschliche Auge zunächst unsichtbare Abbildung des Objektes auf einer photographischen Schicht festgehalten wird. Die Vorrichtungen zur unmittelbaren Bildbetrachtung, die in der Regel einen Fluoreszenzschirm zur Umwandlung der unsichtbaren Strahlung in sichtbare verwenden, dienen bei den bekannten Konstruktionen fast immer nur als Hilfsmittel zur Schärfeneinstellung bei der photographischen Aufnahme, aber nicht dazu, das Objektbild mit allen Feinheiten erkennen zu lassen. Dies gilt speziell für Elektronenmikroskope, trifft aber auch für Ultraviolettmikroskope zu. Stets bleibt die Qualität der Fluoreszenzbilder infolge zu geringer Leuchtintensität und gegebenenfalls sogar körniger Schirmstruktur weit unter der Qualität der photographischen Aufnahmen. Mit Rücksicht auf die sehr hohe Bedeutung der visuellen Beobachtung in der Lichtmikroskopie erschien es zweckmäßig, die mit der Leuchtbildhelligkeit und Leuchtschirmkörnigkeit zusammenhängenden Fragen einer näheren Betrachtung zu unterziehen<sup>2</sup>.

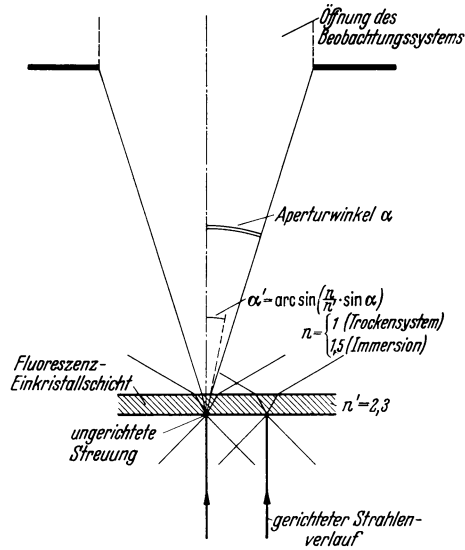
<sup>1</sup> ASTON, E. W.: Proc. Cambridge philos. Soc. Bd. 22 (1925) S. 548.

<sup>2</sup> ARDENNE, M. v. Einkristall-Leuchtschirme und Übermikroskopie. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 235.

### 1. Steigerung der Leuchthelligkeit durch vergrößernde Beobachtungsmittel großer Apertur.

Leuchtschirme aus modernen Zinksulfid- oder Zinkkadmiumsulfidphosphoren besitzen bekanntlich einen überraschend hohen energetischen Wirkungsgrad. Wenn trotzdem das Leuchtschirmbild stets gegenüber der photographischen Aufnahme abfällt, so liegt dies nicht allein an der Möglichkeit einer Energieakkumulierung über längere (Belichtungs-) Zeiten bei der photographischen Aufnahme, sondern vor

allen Dingen in einem meist sehr geringen optischen Wirkungsgrad bei der Bildumwandlung mit Hilfe von Fluoreszenzschirmen. Der geringe optische Wirkungsgrad folgt daraus, daß die ursprünglich scharf gerichtete abbildende Strahlung durch den Leuchtschirm in eine ungerichtete Strahlung übergeführt wird. Die optischen Verhältnisse bei der Bildumwandlung sind durch die Darstellung Abb. 98 veranschaulicht. — Bei Anwendung vergrößernder optischer Mittel, die eine Vergrößerung der Apertur des Beobachtungssystems zu Folge haben, kann der optische Wirkungsgrad bei der Bildumwandlung um mehr als vier Größenordnungen gegenüber der Bildbetrachtung mit bloßem Auge verbessert werden.



Aperturtable.

	sin $\alpha$	Ausgenutzter Anteil $(\sin \alpha'/2)^2$	Verhältniszahl des ausgenutzten Anteils
Auge (5 mm Pupillen $\varnothing$ ) . . . . .	0,01	$4,5 \cdot 10^{-6}$	1
Okular (Periplan) . . . . .	0,12	$7,5 \cdot 10^{-4}$	$1,6 \cdot 10^2$
Mikroobjektiv (Trockensystem) . . . . .	0,90	$3,8 \cdot 10^{-2}$	$8,4 \cdot 10^3$
Mikroobjektiv (Ölimmersion) . . . . .	0,93	$1,06 \cdot 10^{-1}$	$2,3 \cdot 10^4$

Abb. 98. Optischer Wirkungsgrad bei der Bildumwandlung mit Hilfe von Fluoreszenzschirmen.

Durch die optische Nachvergrößerung wird das Fluoreszenzlicht auf eine größere Fläche verteilt und hierdurch zunächst eine Abnahme der wirksamen Bildhelligkeit hervorgerufen. Wird die lineare Vergrößerung jedoch gerade genau so groß gewählt wie die eintretende Aperturvergrößerung, so bleibt die Flächenhelle des Leuchtschirmbildes trotz der Vergrößerung unverändert erhalten. Damit das Fluoreszenzbild dem Auge im Beobachtungsmikroskop unter dem gleichen Winkel erscheint wie dem unbewaffneten Auge, muß das wahre Leuchtschirmbild einen Durchmesser erhalten, welcher im umgekehrten Verhältnis der Vergrößerung kleiner ist. Hat die Aperturvergrößerung und damit die optimale Vergrößerung des Beobachtungssystemes beispielsweise den Wert 50, so wird die gleiche abbildende Strahlung nur auf eine Fläche verteilt, die  $1/2500$  der Bildfläche bei unbewaffnetem Auge beträgt. Die Folge der höheren Energiekonzentration ist eine außerordentliche — in dem Beispiel 2500fache — Steigerung der Flächenhelle des Leuchtschirmbildes.



Die Steigerung der Flächenhelle durch Anwendung vergrößernder optischer Mittel im Zusammenwirken mit entsprechender Verkleinerung des wahren Fluoreszenzbildes hat jedoch nur so lange Sinn, bis schließlich das begrenzte Auflösungsvermögen von Leuchtschirmen mit gutem energetischen Wirkungsgrad<sup>1</sup> störend in die Erscheinung tritt. Das ist bei den bisherigen aus vielen winzigen Kristallen hergestellten Leuchtschirmen sehr bald der Fall.

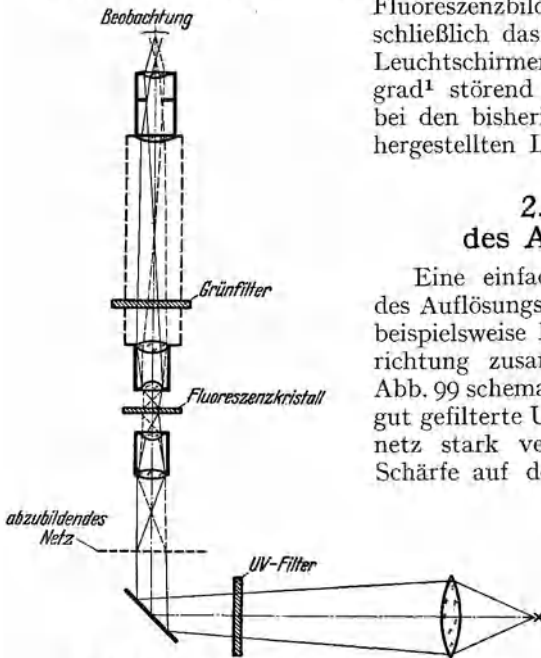


Abb. 99. Anordnung zur Untersuchung des Auflösungsvermögens von Fluoreszenzschirmen.

## 2. Die Bestimmung des Auflösungsvermögens.

Eine einfache Anordnung zur Untersuchung des Auflösungsvermögens von Leuchtschirmen, die beispielsweise leicht aus einer Leitz-Panphot-Einrichtung zusammengestellt werden kann, ist in Abb. 99 schematisch dargestellt. Durch langwellige, gut gefilterte Ultraviolettstrahlung wird ein Drahtnetz stark verkleinert und in möglichst guter Schärfe auf den zu untersuchenden Fluoreszenzschirm abgebildet<sup>2</sup> und der letztere zum Leuchten angeregt. Das Testleuchtbild mikroskopischer Kleinheit wird über ein Lichtmikroskop mit eingeschaltetem Filter zur Absorption der UV-Strahlung betrachtet bzw. photographiert. An Hand der erhaltenen Konturenschärfe läßt sich

das Auflösungsvermögen des Leuchtschirmes mit hinreichender Genauigkeit abschätzen. Für Elektronenstrahlung ist darüber hinaus noch der Einfluß der räumlichen Elektronenstreuung in der Schicht (vgl. die Ausführungen im folgenden Abschnitt) zu berücksichtigen.

Mit der beschriebenen Anordnung wurden verschiedene aus normalen Fluoreszenzmaterialien gewonnene Schirme untersucht und für UV-Strahlung ein durch-

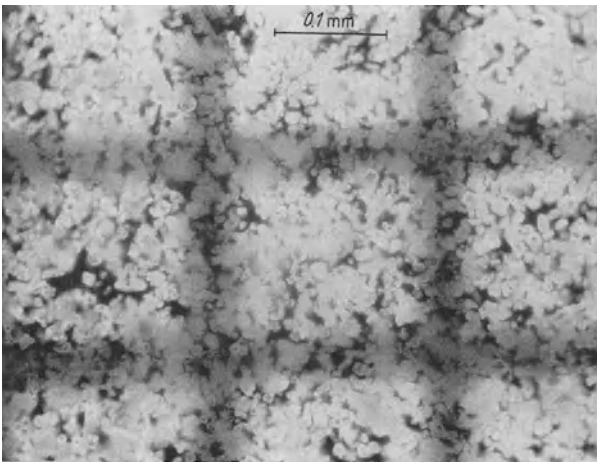


Abb. 100. Mikroaufnahme eines nach üblichen Methoden „besonders gleichmäßig“ hergestellten Vielkristallschirmes mit durch UV-Licht scharf aufprojiziertem Schattenbild.

hang wegen ihres außerordentlich schlechten energetischen Wirkungsgrades unberücksichtigt bleiben.

<sup>2</sup> Kleine Aperturwerte anwenden!

<sup>1</sup> Die kornlosen Uran- glasplatten-Leuchtschirme, die früher für elektronen- und ultraviolett-mikroskopische Zwecke gelegentlich vorgeschlagen worden sind [vgl. z. B. M. KNOLL u. E. RUSKA: Z. techn. Phys. Bd. 12 (1931) S. 389 u. 448] können in diesem Zusammenhang wegen ihres außerordentlich schlechten energetischen Wirkungsgrades unberücksichtigt bleiben.

schnittliches Auflösungsvermögen von etwa 0,1 mm gefunden. Die so gewonnene Mikrophotographie eines mit schon relativ feinkörnigem Material und mit günstiger Auftragung gewonnenen Schirmes vermittelt Abb. 100. Das Auflösungsvermögen beträgt hier etwa 30  $\mu$ . Die Schirmkornstruktur wirkt selbst bei diesem Schirm so ungleichmäßig, daß der durch den vorausgegangenen Abschnitt gekennzeichnete Vorschlag zur Helligkeitssteigerung zunächst nicht konsequent durchführbar erscheint. Erst wenn es gelingt, *kornlose oder extrem feinkörnige Leuchtschirme von hohem energetischem Wirkungsgrad* zu erzielen, ist ein wesentlicher Fortschritt auf dem angegebenen Wege zu realisieren.

### 3. Einkristall- und Feinkorn-Leuchtschirme aus aktiviertem Zinksulfid und ihre Daten.

Die Erfahrungen bei der Herstellung moderner Phosphore und Leuchtschirme lehren, daß der Wirkungsgrad auf etwa 15 bis 30% sinkt, sobald die Kristallgröße durch abgeänderte Führung des Kristallisationsprozesses oder durch nachträgliche mechanische Zerkleinerung verringert wird. Diese Wirkungsabnahme, die in Elektronenmikroskopen überkompensiert werden kann durch die bei höherem Auflösungsvermögen mögliche größere Konzentration der abbildenden Strahlung, hat teilweise rein optische Gründe<sup>1</sup> und ist teilweise auch auf die Abnahme der wirksamen Fluoreszenzschichtdicke zurückzuführen.

Durch Auswahl kleiner Kristallpartikel annähernd gleicher Abmessungen mit Schlemmmethoden und durch ein besonderes Aufbringungsverfahren, das die Kristallteilchen in nahezu einer Schicht nebeneinander auf den Träger bringt, sind vom Verfasser sehr *feinkörnige Vielkristallschirme* hergestellt worden. Diese Schirme ergaben (bei etwa gleichem Wirkungsgrad wie die weiter unten besprochenen Schirme) ein UV-Auflösungsvermögen von  $10^{-2}$  mm. Doch war auch bei diesen Schirmen noch eine Bildbeeinträchtigung durch Ungleichmäßigkeiten und Körnung zu beobachten. Aus diesem Grunde wurde vom Verfasser weiter der Weg eingeschlagen, kornlose Schirme durch *Anschleifen von größeren Einkristallen moderner Phosphore* zu gewinnen. Zinksulfid-Einkristalle mit bis zu 1 mm<sup>2</sup> Fläche sind bei entsprechender Leitung des Kristallisationsprozesses während der Herstellung von Leuchtphosphoren ohne weiteres zu erreichen. Blau und grün leuchtende Kristalle dieser Art<sup>2</sup> mit relativ hohem energetischen Wirkungs-

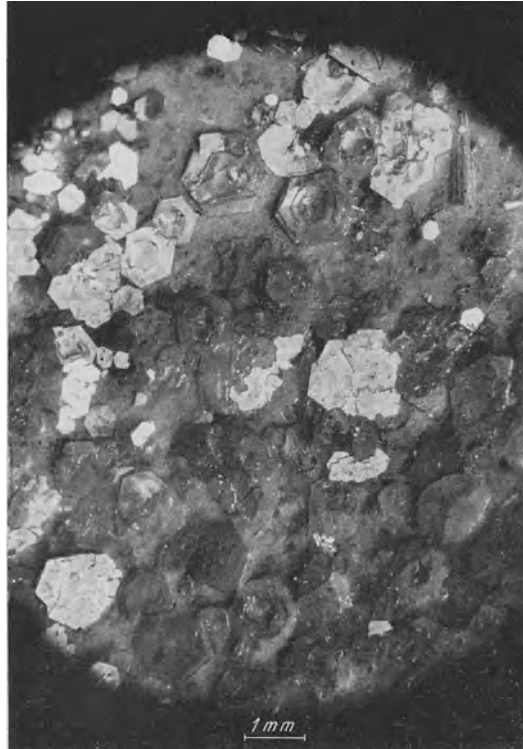


Abb. 101. Größere Einkristalle aus aktiviertem Zinksulfid an einer Tiegelwand.

<sup>1</sup> RIEHL, N. u. H. ORTMANN: Ann. Phys., Lpz. V Bd. 29, Heft 6.

<sup>2</sup> Die Kristalle wurden dem Verfasser liebenswürdigerweise von Herrn N. RIEHL (Auer-Gesellschaft) zur Verfügung gestellt.

grad sind in der Photographie Abb. 101 vergrößert abgebildet. Das Anschleifen und Polieren so kleiner Kristalle, das notwendig ist, um zu extrem dünnen Schirmen mit möglichst planparallelen Flächen zu gelangen, ist keine leichte Aufgabe. Trotzdem gelang es, aus den abgebildeten Kristallen eine Anzahl brauchbarer Einkristallschirme zu gewinnen<sup>1</sup>.

Wegen des meist stark beschränkten Formates des Einkristallschirmes<sup>2</sup> kann es sich bei der praktischen Verwendung empfehlen, ihn mit einem feinkörnigen Vielkristallschirm zu kombinieren, das heißt in der Mitte eines solchen Vielkristallschirmes anzubringen. Der letztere hat dann vorwiegend die

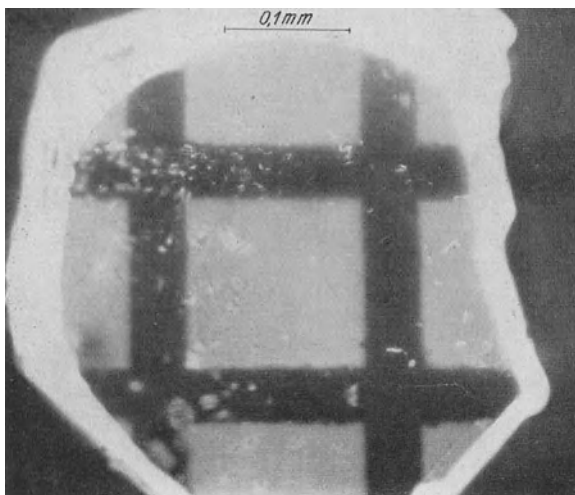


Abb. 102. Mikroaufnahme des Einkristall-Leuchtschirmes mit durch UV-Licht aufprojiziertem Schattenbild.

Aufgabe, ein Übersichtsbild von der durch den Einkristallschirm nicht erfaßten, jedoch photographisch registrierten Bildfläche zu vermitteln.

Die Mikroaufnahme des mit Hilfe der Anordnung Abb. 99 und eines Einkristallschirmes gewonnenen Netzbildes vermittelt Abb. 102. Das Bild ist hier unter genau den gleichen optischen Verhältnissen entstanden, die der Aufnahme Abb. 100 zugrunde gelegen haben. Das Auflösungsvermögen dieses 0,03 mm dicken Schirmes im Zusammenwirken mit einem Beobachtungsmikroskop der Apertur sin

$\alpha = 0,5$  beträgt hier bereits ungefähr  $3 \mu$ . Außerdem ist die Gleichmäßigkeit des Bildes außerordentlich gegenüber dem Vielkristallschirm verbessert.

Aus einfachen geometrischen Überlegungen über die Tiefenschärfe folgt, daß das Auflösungsvermögen eines mit dem Aperturwinkel  $\alpha$  betrachteten Zinkblende-Einkristallschirmes (Brechungsindex  $n' = 2,3$ ) mit der gleichmäßig fluoreszierenden Dicke  $\Delta x$  nur etwa den Wert annehmen sollte:

$$d = \frac{n}{n'} \cdot \sin \alpha \cdot \Delta x.$$

Der nach dieser Beziehung für die Bedingungen der Abb. 102 ausgerechnete Wert liegt etwas höher als der aus der Aufnahme Abb. 102 abgeschätzte Wert (vgl. hierzu die im übernächsten Absatz gegebene Erklärung).

Bei Elektronenstrahlung wird das mit der besprochenen Hilfsanordnung für UV-Licht festgestellte Auflösungsvermögen noch durch den Vorgang der Elektronenvielfachstreuung im Kristall bzw. in den Kristallen verringert. Die Verhältnisse liegen hier sehr ähnlich wie bei der im letzten Kapitel ausführlich untersuchten Elektronenstreuung in photographischen Schichten. Damit das Auflösungsvermögen durch räumliche Elektronenstreuung nicht kritisch herabgesetzt wird, muß der Schirm sehr dünn geschliffen oder hergestellt werden,

<sup>1</sup> Die schwierigen Schleif- und Polierarbeiten wurden von V. HOFFMANN durchgeführt.

<sup>2</sup> Arbeiten zur Gewinnung größerer Kristalle sind bei einer dem Laboratorium des Verfassers nahestehenden Firma im Gange.

bis schließlich die Abnahme des energetischen Wirkungsgrades infolge unvollständiger Absorption der Elektronenstrahlung in der Kristallschicht eine Grenze setzt. In diesem Zusammenhang verdient darauf hingewiesen zu werden, daß der Einkristallschirm mit seiner hohen räumlichen Konzentration der fluoreszenzfähigen Materie *bei geringster Dicke* einen guten energetischen Wirkungsgrad ergeben kann.

Wenn experimentell bei 5 bis  $7 \cdot 10^4$  V Beschleunigungsspannung an 2 bis  $3 \cdot 10^{-2}$  mm dicken Einkristallen ein *Auflösungsvermögen von  $10^{-2}$  mm* und darunter festgestellt werden konnte (Messung des Fleckdurchmessers bei Erregung mit einer Elektronenonde äußerster Feinheit), so ist dies offenbar dadurch zu erklären, daß bei der Scharfstellung des Lichtmikroskopes automatisch auf die Ebene größter Bildschärfe im Raum des Einkristalles eingestellt wird.

#### IV. Die Abschirmung schädlicher Röntgenstrahlung.

Röntgenstrahlen entstehen überall dort, wo Elektronen auf ein Hindernis aufreffen und durch dasselbe abgebremst werden. Die Beschleunigungsspannung der Elektronenmikroskope hat etwa die gleiche Größe wie die Anodenspannung in Röntgenröhren. Die *Entstehungsbedingungen der Röntgenstrahlung* sind daher nicht sehr verschieden von denen der Röntgentechnik. Da die Elektronenströme in Übermikroskopen nur 1 bis 2 Größenordnungen unter den Strahlströmen in Röntgenröhren liegen, ist die entstehende Röntgenstrahlung so intensiv, daß die Sicherheitsvorschriften für Röntgenanlagen auch für Elektronenmikroskopanlagen berücksichtigt werden müssen. Bei Versuchen zeigte sich beispielsweise, daß schon mit 60 kV Anodenspannung und  $3 \cdot 10^{-4}$  A Anodenstrom vor dem Beobachtungsfenster von Zentrierblenden tadellose und helle Fluoreszenzbilder der menschlichen Hand zu erhalten waren (Abstand des Leuchtschirmes etwa 30 cm).

Die *schädigenden Wirkungen der Röntgenstrahlen*, wie Keimschädigungen, Röntgenkrebs und ähnliche Erkrankungen, sind allgemein bekannt. Besonders gefährlich ist bei dem Arbeiten mit Anlagen, die Röntgenstrahlung emittieren, daß sich einzelne kleine Röntgenstrahlenmengen über Jahre hinaus zu einer schädlichen Gesamtdosis addieren können. Als die Grenzintensität, die der menschliche Körper dauernd ohne Schäden vertragen kann, wird eine Strahlungsmenge von  $10^{-5}$  r/s angesehen. Diese Sekundendosis ist den „Vorschriften für Strahlenschutz in nichtmedizinischen Röntgenanlagen“ DIN Rönt. 6/1934 zugrunde gelegt. In neuerer Zeit neigt man sogar darüber hinaus zu der Annahme, daß die vorgenannte Strahlungsmenge etwa eine Größenordnung zu hoch ist, so daß man zweckmäßig aus Sicherheitsgründen mit einem um eine Größenordnung tiefer liegenden Zahlenwert rechnet.

Anhaltspunkte über die unter verschiedenen Arbeitsbedingungen erforderlichen *Abschirmungsmaßnahmen* liefert die Darstellung Abb. 103<sup>1</sup>. Diese Darstellung gibt an, wie stark eine Röntgenabschirmung ausgeführt sein muß, damit bei den angegebenen Anodenspannungswerten die Strahlung einer Röntgenröhre (Wolfram-Antikathode, 0,5 mm Glaswandstärke, Strahlstrom  $10^{-3}$  A) in 30 cm Abstand auf den Toleranzwert bzw. auf  $\frac{1}{10}$  dieses Wertes abgeschwächt wird. Bei anderen Antikathodenmaterialien als Wolfram ist zu beachten, daß die Strahlungsintensität (Bremsstrahlungsanteil) der Ordnungszahl des Anti-

<sup>1</sup> Entnommen aus H. BODE u. H. GLÖDE: Die Entstehung der Röntgenstrahlen beim Betrieb BRAUNscher Röhren mit hoher Anodenspannung. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 4 S. 117.

kathodenmaterials proportional ist. Ferner ist für abweichende Strahlströme zu berücksichtigen, daß die Strahlungsintensität ebenfalls dem Strom proportional ist.

Bei den meisten Mikroskopkonstruktionen ist der Strahlengang schon aus Gründen der elektrischen und magnetischen Abschirmung mit Metallhüllen (Eisen, Permalloy, Messing) umgeben, durch die automatisch eine Strahlungsschwächung eintritt. Um die Abschirmwirkung der erwähnten ohnehin gegebenen Konstruktionselemente abschätzen zu können, sei das Absorptionsgesetz für Röntgenstrahlung angeführt:

$$J = J_0 \cdot e^{-x \cdot \mu}$$

Hierin bedeutet  $J$  die durchgelassene Intensität,  $J_0$  die Anfangsintensität,  $\mu$  den Absorptionskoeffizienten und  $x$  die durchstrahlte Schichtdicke (Dicke der Abschirmung). Der Absorptionskoeffizient für verschiedene Materialien wird zweckmäßig aus Messungen entnommen<sup>1</sup>. In dem hier interessierenden Wellenbereich gelten näherungsweise die in der folgenden Tabelle für verschiedene Materialien angegebenen Äquivalentdicken:

Tabelle I.

Blei	Kupfer	Eisen	Bleiglas
1	4	6	9

Die Eisen- oder Messinghüllen, die den Raum zwischen Kathode und erster Optik, insbesondere in der Nähe der ersten Blende umgeben, haben Wandstärken von etwa 4 bis 5 mm. Ihre auf Blei bezogene Ersatzdicke beträgt daher etwa 1 mm. Nach der Darstellung Abb. 103

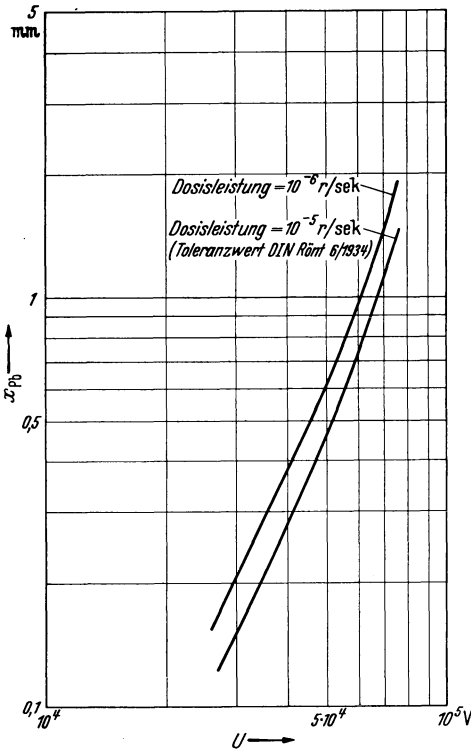


Abb. 103. Erforderliche Bleischichtdicke  $x_{Pb}$  zur Abschwächung von Röntgenstrahlung (Röntgenröhre mit  $W_0$ -Antikathode, 0,5 mm Glaswandstärke, Anodenstrom  $10^{-3}$  A) auf den Toleranzwert für einen Meßabstand von 30 cm.

und unter Umrechnung auf Anodenstromwerte der elektronenmikroskopischen Praxis (maximal  $5 \cdot 10^{-4}$  A) und einen Zinksulfidleuchtschirm mit Aluminiumunterlage genügt die Schirmwirkung dieser Ersatzdicke bis zu etwa 70 kV Anodenspannung, so daß keine zusätzlichen Abschirmungen notwendig sind, wenn die (insbesondere die dem Kathodensystem benachbarten) Beobachtungsfenster aus etwa 10 mm dickem Bleiglas hergestellt werden und die Anodenspannungen den genannten Wert nicht überschreiten.

Unter den Verhältnissen eines 300 kV-Elektronenmikroskopes (Anodenstrom maximal  $5 \cdot 10^{-4}$  A, Meßabstand 1 m) werden an den oberen Blenden Abschirmungen bis zu 10 mm Bleidicke notwendig. Sind diese Teile des Strahlenganges von Magnetspulen umgeben, so ist auch hier keine zusätzliche Bleiabschirmung erforderlich, sondern nur die Dicke der Bleiglasfenster auf etwa 30 mm zu erhöhen.

<sup>1</sup> Vgl. z. B. die Zusammenstellung S. 230: F. KIRCHNER: Allgemeine Physik der Röntgenstrahlen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 24, Teil 1. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft 1930.

# F. Bauelemente und Hilfseinrichtungen der Elektronenmikroskope.

## I. Das Kathodensystem.

Die Problemlage bei der Ausgestaltung des Kathodensystems für Elektronenmikroskope hat große Ähnlichkeit mit derjenigen, die bei der Bemessung des Kathodensystems in Hochspannungs-Elektronenstrahlröhren besteht. In beiden Fällen wird mit Anodenspannungen über  $10^4$  V gearbeitet und ein möglichst kräftiger — von einem kleinen Querschnitt ausgehender — Elektronenstrom gewünscht, wobei gleichzeitig angestrebt wird, daß die Elektronenströmung unter einem möglichst kleinen Aperturwinkel erfolgt. Es ist daher möglich, für elektronenmikroskopische Zwecke unmittelbar diejenigen Kathodensysteme einzusetzen, die als Ergebnis langjähriger Entwicklungsarbeiten an Hochspannungs-Fernsehröhren heute zur Verfügung stehen.

Im Hochspannungs-Fernsehröhrenbau haben sich *Wolfram-Drahtkathoden in Haarnadelform* gut bewährt. Durch Veränderung der Lage der Haarnadelspitze gegenüber der Bohrung einer die Kathode umgebenden Wehnelt-Zylinder-elektrode lassen sich die Durchgriffsverhältnisse herbeiführen, die bei der jeweils vorgesehenen Anodenspannung eine Dunkelsteuerung der Strahlenenergie mit negativen Zylindervorspannungen von wenigen hundert Volt bewirken.

### 1. Kathodendaten und Lebensdauer.

Die *Wolframkathode* hat gegenüber der Oxydkathode die gerade beim Elektronenmikroskop wichtigen Eigenschaften voraus, daß keine Formierung notwendig ist und sich die Kathode beliebig lange im kalten Zustand an Luft befinden kann. Da beim Elektronenmikroskop vor jeder einzelnen Inbetriebnahme eine Evakuierung notwendig ist, kann bei dem letzteren ein häufigeres Auswechseln der Kathode in Kauf genommen werden, sofern die durch Verkürzung der Kathodenlebensdauer gegebenen sonstigen Vorteile wesentliche Mehrleistungen des Elektronenmikroskopes zur Folge haben.

Die Emissionseigenschaften einer Kathode sind gekennzeichnet durch die Stromdichte<sup>1</sup>, das heißt durch die Emission in Ampere pro  $\text{cm}^2$  Kathodenoberfläche. Welchen Einfluß diese Größe auf die Leistungsfähigkeit von Elektronenmikroskopen hat, ist schon an anderer Stelle (Kapitel B II 9 und C II 9) quantitativ gezeigt worden. Der betriebsmäßig erreichbare Wert für die Stromdichte einer Wolframkathode ist nur durch die *Lebensdauer* begrenzt. Die Lebensdauer wird bei guter Evakuierung allein durch die *thermische Verdampfung* bestimmt.

Bezeichnet man mit  $v$  das pro s und  $\text{cm}^2$  verdampfende Gewicht der Kathode, mit  $0$  seine Oberfläche, so dampft in der Zeit  $dt$  das Gewicht  $dm = v \cdot 0 \cdot dt$  ab. Ist die Dichte  $\sigma$ ,  $r$  der Radius des Drahtes, so ergibt sich hieraus  $\sigma \cdot dr = v \cdot dt$  oder  $(r_1 - r_2) = \frac{v}{\sigma} \cdot t$ . Man rechnet bei Wo-Kathoden die Lebensdauer als beendet,

<sup>1</sup> Eine Tafel über die Abhängigkeit dieser Größe von Kathodenart und absoluter Kathodentemperatur vermittelt die Abb. 272 des Buches von W. ESPE u. M. KNOLL: Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik. Berlin: Julius Springer 1936.

wenn der Gewichtsschwund durch Verdampfung mehr als 12% beträgt. Damit wird  $r_1 = r_2 \cdot \sqrt{0,88}$ . Für gezogenes Wolfram ist  $\sigma = 19,3$ . Für normale Zwecke wird man Wolframkathoden mit einem anfänglichen Durchmesser von 0,15 mm verwenden. Damit ergibt sich die Lebensdauer zu  $t^\circ = 1,88 \cdot 10^{-2} \cdot \frac{1}{v}$ .

In Tabelle I<sup>1</sup> sind für die untersuchten Wo-Kathoden Heizdaten, Temperaturen, Lebensdauern und Stromdichten zusammengestellt. Als Kathodentemperatur ist die Temperatur der Haarnadelspitze angegeben.

Tabelle I.

$J_h$	$E_h$	$W_h$	$T_{h^\circ}$	$t^\circ$	Stromdichten
A	V	W	abs. Temp.	h	A/cm <sup>2</sup>
2,6	1,41	3,69	2185	3 850 000	0,015
2,8	1,61	4,51	2300	287 000	0,05
3,0	1,80	5,40	2420	30 700	0,15
3,2	2,06	6,59	2525	4 360	0,3
3,4	2,32	7,89	2640	770	0,7
3,6	2,58	9,29	2750	150	1,5
3,8	2,84	10,79	2825	53,3	2,5
4,1	3,31	13,57	3000	5,5	6

Kathodenlebensdauern von nur 5 h sind im Elektronenmikroskop ohne weiteres tragbar, wenn das Kathodensystem leicht von außen zugänglich ist und der Auswechselfvorgang wie dies schon für Hochspannungs-Fernsehprojektionsanlagen gelegentlich vorgesehen wurde, durch

konstruktive Maßnahmen (beispielsweise Herstellung von Kathodenpatronen) erleichtert wird. Stromdichten von 6 A/cm<sup>2</sup>, das heißt Emissionseigenschaften, die sonst in abgeschmolzenen Röhren auch nicht entfernt betriebsmäßig erhalten werden, sind also grundsätzlich erreichbar.

Für den praktischen Betrieb ist darauf zu achten, daß bei Verwendung eines Heizwiderstandes der Heizstrom gegen Ende der Lebensdauer herabgesetzt werden muß, damit konstante Fadentemperatur erhalten bleibt.

## 2. Systemkonstruktion.

Die Konstruktion eines Kathodensystems, die ein bequemes *Auswechseln* der *Haarnadelkathode unter Aufrechterhaltung guter Zentrierung* ermöglicht, und die sich praktisch gut bewährt hat, ist durch die Zeichnung Abb. 104 veranschaulicht. Die Ausführung des *zusammensteckbaren Kathodensystems* vermittelt die Photographie Abb. 105. (In Abb. 105 sog. Wechselstromkathode mit Auskompensation des magnetischen Fadenfeldes.)

Die *auswechselbare Kathodenpatrone*, die zweckmäßig in einer größeren Anzahl auf Lager gehalten wird, besteht aus einem mit Bohrungen versehenen Hartporzellankörper, durch den zwei starke Nickeldrähte als Stromzuführungen gehen. An den unten zusammengebogenen Enden dieser Zuführungen ist die Wolfram-Haarnadelkathode angeschweißt. Diese in sich völlig stabile Einheit wird durch die gezeichneten Buchsen mit einer zweiten Einheit zusammengesteckt, deren wesentlichster Bestandteil ein weiterer Hartporzellankörper von gleichem Durchmesser und beispielsweise halber Höhe ist. Durch diesen zweiten Porzellankörper laufen die Stromzuführungen. Er sitzt zusammen mit der eigentlichen Kathodenpatrone in einem kurzen, in Abb. 105 gut erkennbaren Chromnickelzylinder, der seinerseits an die Durchführungen des Quetschfußes angeschweißt ist. Über diese Befestigungshülse wird der Wehnelt-Zylinder, der ebenfalls aus einer Chromnickelhülse besteht, geschoben. Auf das offene Ende des Wehnelt-Zylinders ist zur Herbeiführung des erforderlichen kleinen Durchgriffes eine gedrückte Kappe mit völlig abgerundeten Kanten geschweißt.

<sup>1</sup> Mit Ausnahme der letzten Spalte ist diese Tabelle folgender Arbeit entnommen: E. SCHWARTZ, H. STRÜBIG u. H. W. PAEHR: Strahlenerzeugung in Fernschröhren für Projektionszwecke. Z. Fernseh A.G. Bd. 1 (1938) Heft 1 S. 7.

Besonders angenehm ist bei dieser naheliegenden Bauweise, daß vor Einsetzen des Kathodensystems in die Vakuumanordnung die genaue *Zentrierung der Kathodenspitze* gegenüber der Bohrung der Wehnelt-Zylinderkappe visuell kontrolliert werden kann. Diese Kontrolle wird ermöglicht durch die mittleren Bohrungen der Porzellankörper, die einen Lichtdurchgang gestatten. Das Auswechseln und Zentrieren der Kathode dauert bei dem gezeichneten System

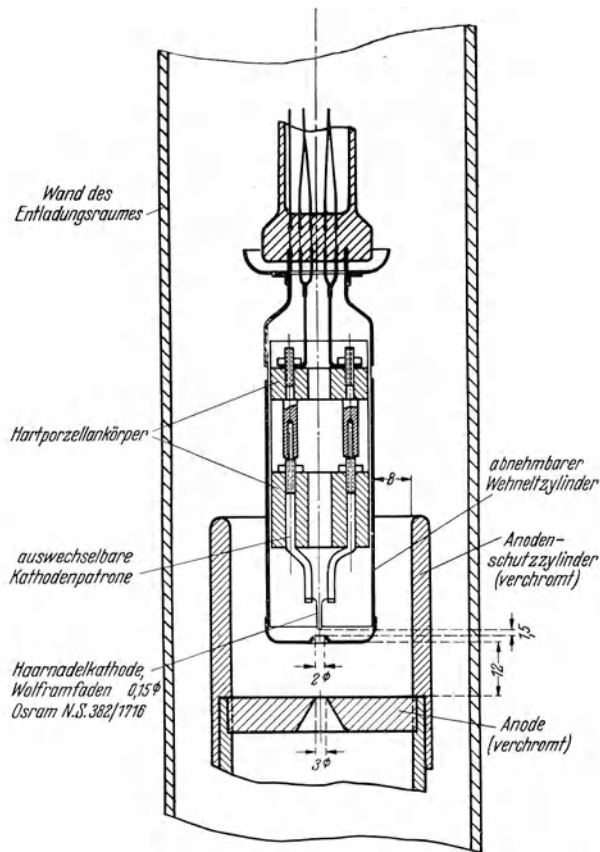


Abb. 104. Konstruktion eines Kathodensystems für Spannungen bis zu 80 kV.

etwa eine Minute. Hinzu kommt dann die Zeit für das Abdichten und Neu-evakuieren, falls nicht auch am Ort des Kathodensystems zur Verringerung der Zeitverluste von dem Schleusenprinzip Gebrauch gemacht wird.

Die Justierung der Kathodenspitze und die damit verbundene Ausrichtung des Strahlenganges wird durch neuere hier nicht zeichnerisch dargestellte Konstruktionen sehr erleichtert, bei denen die Kathode während des Betriebes gegenüber dem Wehnelt-Zylinder zentriert werden kann.

Ein Beispiel für die Anordnung des eigentlichen *Strahlerzeugungssystems* bestehend aus Kathode, Wehnelt-Zylinder und Anodenelektrode, ist schon in der Zeichnung Abb. 104 angegeben. Die hier vorgesehenen Abmessungen ermöglichen eine ausreichende Spannungssicherheit bis zu über 80 kV, sofern ein Vakuum von etwa  $5 \cdot 10^{-5}$  tor und eine tadellose Sauberkeit der verchromten und hochglanzpolierten Elektrodenoberflächen gewährleistet ist. Der



gezeichnete Anodenschutzzyylinder hat sich als durchaus nützlich erwiesen, damit bei eventuell eintretenden Durchschlägen die Kathode unbeschädigt bleibt. Die

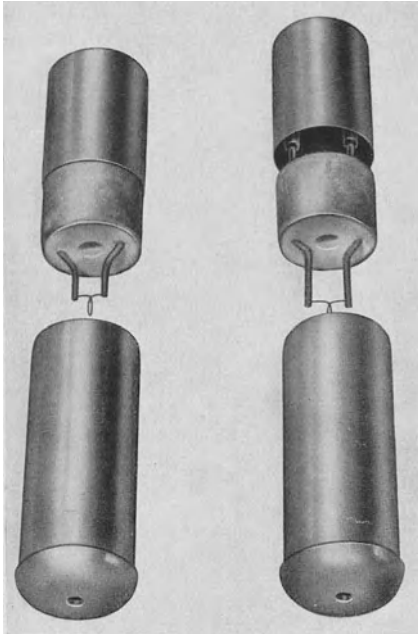


Abb. 105. Ansichten des Kathodensystems mit auswechselbarer, zentrierter Kathodenpatrone.

Entfernung des Schutzzyinders von der Außenwandung des Vakuumgefäßes soll dabei gemäß der Darstellung mindestens genau so groß gewählt werden, wie die Entfernung zwischen Wehnelt-Zylinder und Schutzring.

Vorschläge für die Ausbildung von Strahlerzeugungssystemen mit *unterteilten Beschleunigungsstufen* für Anodenspannungen über 100 kV finden sich schon im Buchabschnitt A IV 2 besprochen. Um Anhaltspunkte zum Aufbau solcher Systeme zu geben, sei erwähnt, daß beispielsweise bei einem 300 kV-Elektronenmikroskop des Verfassers eine vierfache Spannungsunterteilung vorgesehen ist. Die für Spannungen dieser Höhe erforderliche sehr gute Evakuierung im Beschleunigungsraum wird dadurch herbeigeführt, daß zwei Pumpleitungen von großem Querschnitt am Beschleunigungsrohr münden (auf der geerdeten Seite) und zwischen den einzelnen Beschleunigungsstufen Durchbrüche von ebenfalls großem Querschnitt bestehen. Die abgerundeten, verchromten und hochglanzpolierten

Beschleunigungselektroden sind in üblicher Weise mit den entsprechend aufgeteilten Einheiten eines Kaskadengenerators verbunden.

## II. Die kurzbrennweitigen Elektronenlinsen.

Die kurzbrennweitigen Elektronenlinsen gehören als Objektiv- und als Projektionsoptik zu den wichtigsten Konstruktionselementen der Übermikroskopie. Bei ihrem Entwurf handelt es sich darum, Bauformen zu finden, die nicht nur bei hohen Voltgeschwindigkeiten eine kurze Brennweite besitzen und zugleich möglichst einfach herzustellen sind, sondern die darüber hinaus den Einbau von Objekthalterungen und Objektschleusen grundsätzlich gestatten, und die weiterhin auch eine wirksame magnetische Abschirmung der äußerst störempfindlichen Strecke zwischen Objektiv und Objekt zulassen. Die Hauptmerkmale der Linsenkonstruktionen sollen in den folgenden beiden Abschnitten an Hand von Konstruktionsbeispielen besprochen werden. Gleichzeitig wird auch das mit der magnetischen Schirmung verbundene Konstruktionsproblem mitbehandelt, während auf die konstruktive Vereinigung der Linsen mit Objekthalterungen, Objektschleusen und Fluoreszenzschirmeinheiten in späteren Abschnitten (F III und J) näher eingegangen wird.

### 1. Die Konstruktion elektrischer Linsen.

Die *Gesamtkonstruktion einer elektrostatischen Einzellinse* für kürzeste Brennweiten bei hohen Spannungen ist in Abb. 106 gezeichnet<sup>1</sup>. Die Hauptmerkmale

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über eine elektrostatische Hochspannungslinse kurzer Brennweite. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 36 S. 614.

dieser Linse sind oben im Kapitel A II 3 angedeutet. Die eigentlichen, mit größter Genauigkeit rotationssymmetrisch herzustellenden Linsenelektroden sind vergrößert unten rechts in der Abbildung wiedergegeben. Die wichtigsten Eigenschaften dieses Systemes liegen darin, daß alle Elektrodenteile hervorragend abgerundet sind und daß sie entweder ganz aus Chromnickel-Stahl oder

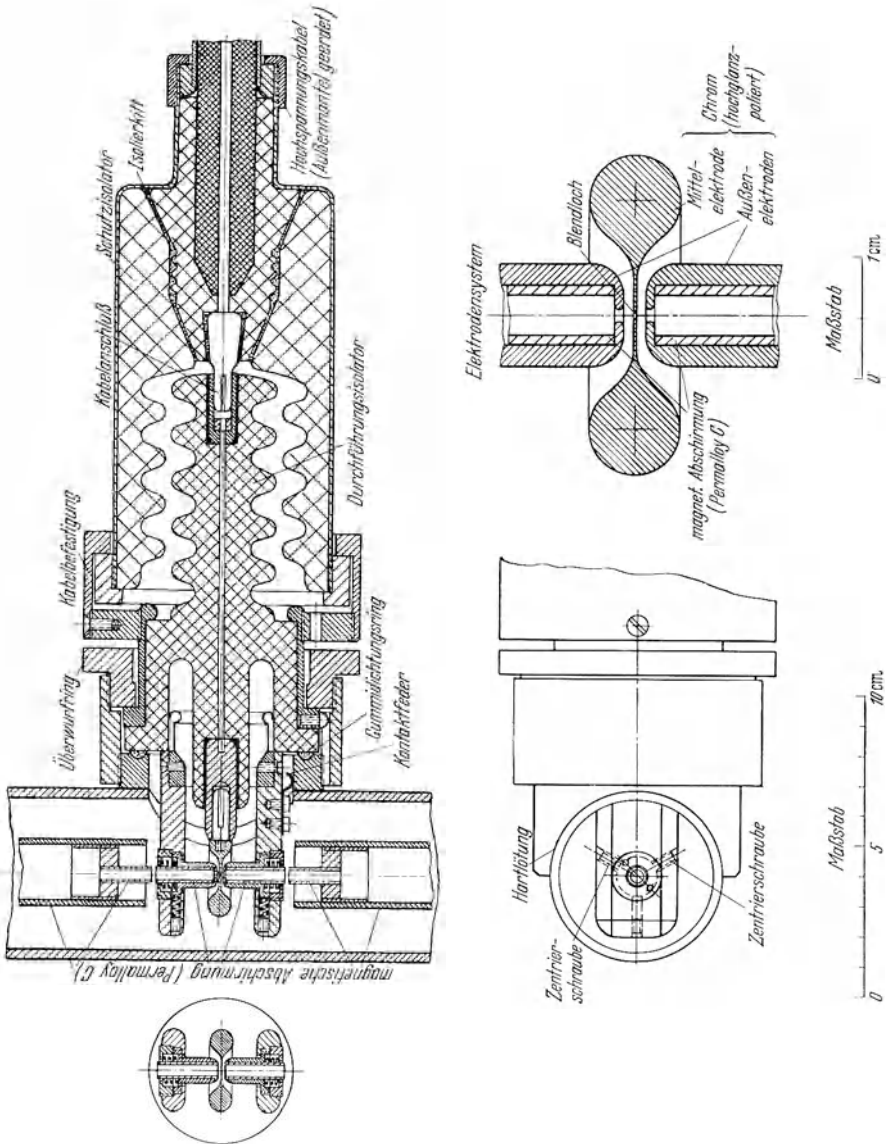


Abb. 106. Konstruktion einer elektrostatichen Einzellinse kürzester Brennweite (Bauart v. ARDENNE).

an ihrer Oberfläche aus Chrom bestehen. Die Oberflächen sind auf Hochglanz poliert. Nur so gelingt es, bei den angegebenen kleinen Abständen zwischen Mittelelektrode und Außenelektroden ein spannungssicheres Arbeiten bei den Voltgeschwindigkeiten der Elektronenmikroskopie zu gewährleisten. Aus Gründen der Spannungssicherheit befindet sich die *Blendöffnung* der Mittelelektrode nicht in einer Folie, die ihrerseits an der Mittelelektrode angebracht ist, sondern

unmittelbar in der Mittelelektrode selbst. Die Bohrung der Blende erfolgt mit Hilfe der im Kapitel F V besprochenen Methoden. Bei der gezeichneten Bauart der Elektroden, insbesondere der Mittelelektrode, besteht große mechanische Stabilität trotz sehr geringer Materialdicke in der Nähe der optischen Achse. Die beiden Außenelektroden und die Mittelelektrode sind an einem *Durchführungsisolator* befestigt, der nach Lösung des gezeichneten Kabelanschlusses, der Kabelbefestigung und nach Abschrauben des Überwurfringes seitlich zusammen mit dem Elektrodensystem herausgenommen werden kann. Die Ausführung des Elektrodensystems als in sich geschlossene Konstruktionseinheit bringt den Vorteil mit sich, daß die Außenelektroden gegenüber der Blend-

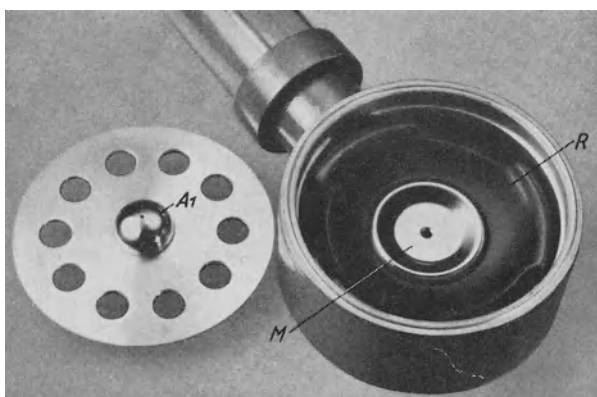


Abb. 107. Elektrostatische Hochspannungslinse (Bauart MAHL).  
A<sub>1</sub> Außenelektrode, M Mittelelektrode, R Isolator.

öffnung der Mittelelektrode außerhalb des Instrumentes zentriert werden können. Um dies zu ermöglichen, sind die Außenelektroden durch zwei Schrauben zentrierbar in ihren Halterungen angebracht. Methoden und Hilfseinrichtung zur Durchführung dieser Zentrierung sind im Abschnitt F V 5 behandelt.

*Die Auswechselbarkeit des ganzen Linsensystems erschließt die wichtige Möglichkeit, Objektträger und Objekte außerhalb in Halterungen einzusetzen, die in*

*das Innere einer Außenelektrode eingebaut werden können.* Gleichzeitig ergibt sich bei dieser Bauweise der Vorteil, daß Objektträger und Objekt auf kürzestem Wege konstruktiv mit der Linse verbunden sind, wodurch Relativbewegungen des Objektes gegen die Linse, die durch mechanische Störschwingungen usw. entstehen können und zu Bildunschärfen führen, hinreichend ausgeschaltet sind. Damit trotz des Auswechsellvorganges die Zentrierung des Instrumentes erhalten bleibt, ist ein Anschlag vorgesehen, der trotz der hier angewendeten Gummidichtung immer die gleiche Lage des Linsensystems herbeizuführen gestattet.

Die Bestandteile einer kurzbrennweitigen Hochspannungslinse, die bei dem Elektronenmikroskop der AEG. Verwendung findet<sup>1</sup>, zeigt die Photographie Abb. 107. Die eine Außenelektrode liegt herausgenommen neben dem Gehäuse.

Die Form der eigentlichen Linsenelektroden besitzt große Ähnlichkeit mit den in Abb. 106 unten rechts dargestellten Elektrodenformen. Infolge größerer Elektrodenabstände (3 mm) beträgt hier die kleinste Brennweite bei Anwendung als Objektivlinse 5 mm. Die mit Kathodenpotential verbundene Mittelelektrode besitzt eine Mittelöffnung von etwa 5 mm. Die gegenüber dem Objekt befindliche Außenelektrode weist eine Bohrung von 0,1 mm auf und dient als Aperturblende des Objektivsystems. Zur Isolation und Halterung der Hochspannungsmittellektrode wird ein Hartgummiring verwendet. Die Hochspannungszuführung erfolgt wieder von der Seite. Die erforderliche genaue Elektrodenzentrierung ist dadurch erreicht, daß sämtliche Linsenteile auf  $10^{-2}$  mm genau

<sup>1</sup> MAHL, H.: Das elektrostatische Elektronen-Übermikroskop. Sonderdruck Jb. AEG.-Forschung Bd. 7 (1940) Heft 1 S. 11.

laufend zum Linsengehäuse auf der Drehbank gearbeitet werden. Gegenüber dem magnetischen Mikroskopobjektiv besitzen die beschriebenen Objektive die Eigenschaft, daß sie als elektrostatische Linsen bei gleicher Anodenspannung und gleicher Geschwindigkeitsstreuung der Elektronen nur einen chromatischen Fehler der halben Amplitude entstehen lassen. Bei Vergleich mit einer magnetischen Linse von gegenüber  $f$  nicht mehr kleiner Feldausdehnung (Eisensättigungseinflüsse!) wird dieser Unterschied sogar noch größer. Die bei Abnahme der Mittelelektrodenspannung von der gleichen Spannungsquelle gegebene Unempfindlichkeit gegen Spannungsschwankungen, das Fehlen einer (schwankenden) Bildfeldrotation und die einfachere Bauart sind als wichtige Vorteile zu nennen.

Die Ausführung des *Kabelanschlusses* mit Schutzisolator ist bei völlig offener Bauweise des Instruments zweckmäßig. Die Konstruktion des gezeichneten Kabelanschlusses folgt weitgehend der Bauweise, die bei modernen Röntgenröhren anzufinden ist.

Werden im Innern der Außenelektroden Permalloyrohre, wie in Abb. 106 gezeichnet, zur *magnetischen Schirmung* vorgesehen, und befinden sich entsprechende Abschirmrohre, wie ebenfalls dargestellt, zu beiden Seiten des Elektrodensystems, so bleiben nur sehr kurze Teile des Strahlenganges frei von Abschirmrohren. Insbesondere ist dies bei dem empfindlichen Bereich zwischen den beiden Außenelektroden der Fall. Schon bei den in der Abbildung unten rechts gezeichneten Abmessungen reicht der magnetische Schatten der Abschirmrohre noch teilweise in den Linsenraum hinein, so daß mit einer gewissen magnetischen Schirmung bereits bei dieser einfachen Ausführung gerechnet werden kann. Eine wesentlich bessere Abschirmung gegen magnetische Störfelder liefert die in Abb. 108 schematisch gezeichnete Bauweise mit äußerer Abschirmung von hufeisenförmigem Querschnitt. Der Linsenraum liegt hier im magnetischen Schatten einer etwa 1 cm starken jedoch einseitig offenen Schicht hochpermeablen Materials. Eine vollständige magnetische Schirmung bei sehr geringem Materialaufwand ist in Abb. 109 angedeutet. Hier ist das Elektrodensystem etwas auseinandergesogen, und dafür die Mittelelektrode

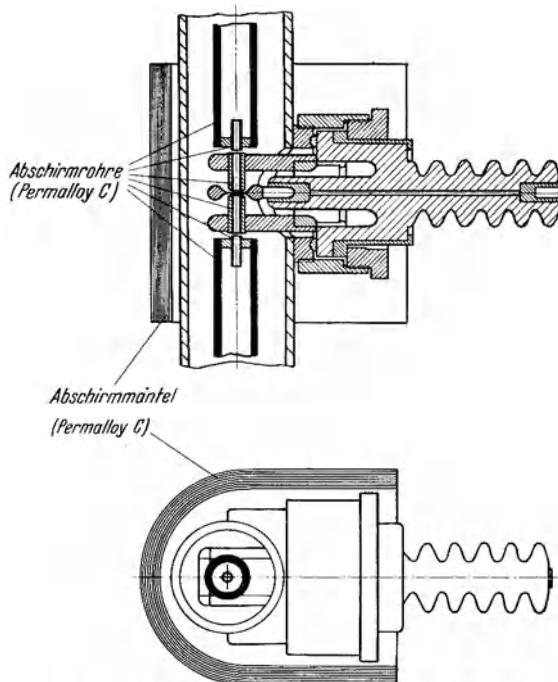


Abb. 108. Mantelabschirmung einer elektrischen Einzellinse.

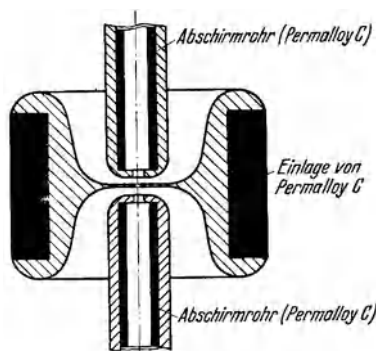


Abb. 109. Magnetische Abschirmung des Linsenraumes einer elektrischen Einzellinse durch Einbau von Permalloyrohren in die Elektroden.

selbst als magnetische Schirmung ausgebildet. Diese Bauweise läßt sich besonders einfach realisieren, wenn die Mittelelektrode oder wenigstens ihre äußeren Teile aus Permalloy hergestellt werden, das im Anschluß an die Formgebung verchromt und poliert wird. Die hier vorgeschlagene magnetische Abschirmung des Linsenraumes durch die Außenteile der Mittelelektrode stellt diejenige Konstruktionsform dar, die mit geringstem Materialaufwand eine wirksame magnetische Schirmung des stöempfindlichen Linsenraumes sicherstellt.

## 2. Die Konstruktion magnetischer Linsen.

Die *Konstruktion einer magnetischen Polschuhlinse* für kurze Brennweiten bei hohen Spannungen ist in Abb. 110 gezeichnet. Den *Polschuhen*, die aus Spezial-eisen höchster Magnetisierbarkeit und größter Gleichmäßigkeit herzustellen sind, ist eine Form gegeben, die einen relativ geringen magnetischen Widerstand der Spitzen und zugleich einen geringen magnetischen Nebenschluß in den nicht zur Abbildung benutzten Feldräumen gewährleistet. Polschuhspitzen und Blend-system sind in der Abbildung oben rechts vergrößert herausgezeichnet. Die freie Öffnung der beiden Polschuhe hat hier den Wert 1 mm. Die Entfernung zwischen den Polschuhspitzen liegt in der gleichen Größenordnung. Um den Öffnungsfehler klein zu halten, kommt es darauf an, die Polschuhe (ebenso wie die Elektroden der im letzten Abschnitt besprochenen Linse) auf einer hervorragend gelagerten Drehbank *völlig rotationssymmetrisch* herzustellen und zusammensetzen. *Mechanische oder magnetische Unsymmetrien führen zu Astigmatismusfehlern.* Die *Blendöffnung* läßt sich in dem gezeichneten Konstruktionsbeispiel durch Bewegung des Blendträgers gegenüber den beiden Polschuhbohrungen außerhalb unter einem Mikroskop zentrieren (Kapitel F V 5). Die leichte Auswechselbarkeit des Polschuheinsatzes bedingt nicht nur die erwähnte Möglichkeit einer hervorragenden Blendzentrierung und einer bequemen Blendreinigung, sondern gestattet ferner weitgehende nachträgliche Variationen von Polschuhform und Polschuhabständen, ohne daß einschneidende Änderungen der Gesamtkonstruktion notwendig werden. Um einen hinreichend kleinen Strömungswiderstand für die Evakuierung der Elektronenmikroskope zu gewährleisten, sind die Außenteile des Polschuheinsatzes mit mehreren Bohrungen zu versehen. Der Polschuheinsatz mit seinem Zwischenteil aus nichtmagnetisierbarem Material ist in ein Eisenrohr eingesetzt, daß in einer entsprechenden Länge durch ein Messingrohrteil unterbrochen ist. Die Zusammenfügung von Eisen- und Messingrohr erfolgt durch sehr sorgfältig auszuführende Hartlötungen. Diese Lötungen müssen vakuumdicht sein<sup>1</sup>. Die Erregung der beiden Eisenteile erfolgt hier durch eine Spulenwicklung mit relativ großem Wickelquerschnitt. Die *Wicklung* selbst wird zweckmäßig durch verhältnismäßig dicken Draht (z. B. emailliertem Kupferdraht, 1,2 mm Durchmesser) hergestellt, um mit möglichst wenig Akkumulatoren zur Felderregung auszukommen. Ein äußerer Kühlmantel ist zur Ableitung der Verlustwärme vorgesehen. Statt der elektromagnetischen Erregung kann auch ein *permanenter Magnet* verwendet werden. Im letzteren Falle muß zur Einstellung der Objektivbrennweite entweder die Beschleunigungsspannung geändert oder ein magnetischer Nebenschluß bzw. ein Luftspalt geregelt werden.

Die *magnetische Schirmung der Strahlengänge in magnetische Linsen* ist nicht einfach, denn die Eisenmassen des Polschuhsystems und die Eisenmäntel der Spulenwicklung haben meist nicht die erforderliche hohe Permeabilität, um eine

<sup>1</sup> Diese Ausführungsform der Polschuhlinse findet sich erstmalig angegeben bei E. RUSKA: Über ein magnetisches Objektiv für das Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 89 (1934) Heft 1/2 S. 90.

ausreichende Schirmung zu gewährleisten. Andererseits können auch Permalloyrohre nicht unmittelbar bis an das Linsenfeld herangebracht werden, da schon in der Umgebung des Linsenfeldes erhebliche Magnetfelder bestehen, die die Abschirmeigenschaften der genannten Legierung stark schwächen. Bei einer

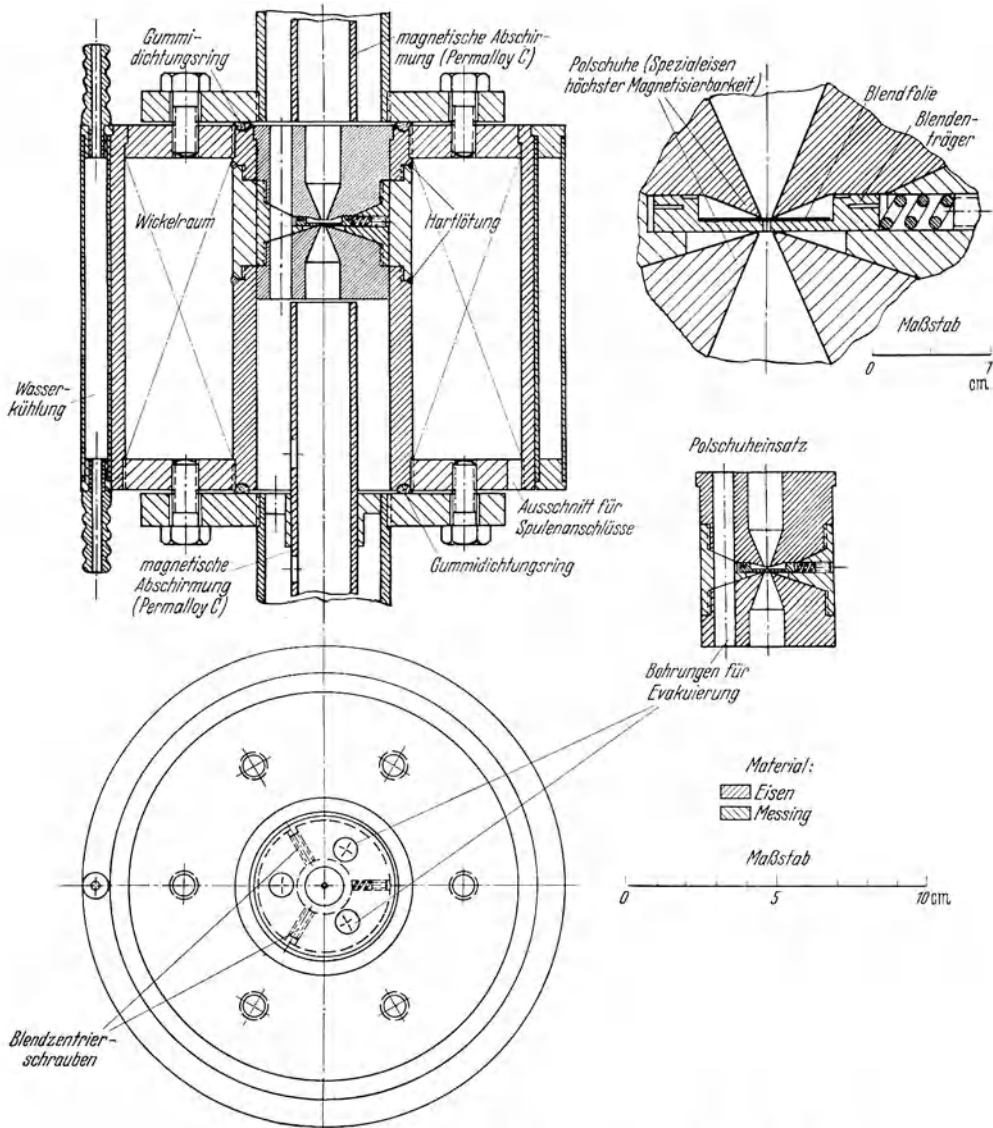


Abb. 110. Konstruktion einer magnetischen Polschuhlinse kürzester Brennweite.

Polschuhlinse der in Abb. 110 gezeichneten üblichen Bauart bleibt daher praktisch die störepfindliche Strecke zwischen Objektiv und Objekt meist nicht ausreichend geschirmt. Zwei wichtige Möglichkeiten zur Abschirmung des ganzen Strahlenganges bei magnetischen Linsen sind in den Abb. 111 und 112 dargestellt. In Abb. 111 wird die ganze Linsenkonstruktion von außen durch eine

10 bis 20 mm dicke Permalloyschicht abgeschirmt. Wie schon früher erwähnt, wird diese Abschirmung zweckmäßig aus einem dünnen Permalloyband gewickelt. Die Abschirmungsart Abb. 111 erfordert einen erheblichen Materialaufwand. Mit wesentlich geringerem Aufwand kommt die Bauweise Abb. 112 aus. Hier sind die Polschuhe aus dem eigentlichen Spulenteil herausverlegt, so daß nur das Polschuhsystem durch Außenabschirmung zu schützen ist. In dieser Abbildung ist der Linsenraum und nur die *eine* Seite der Optik magnetisch geschirmt, worauf bei der Einfügung dieser Konstruktion in das Gesamtinstrument geachtet werden muß.

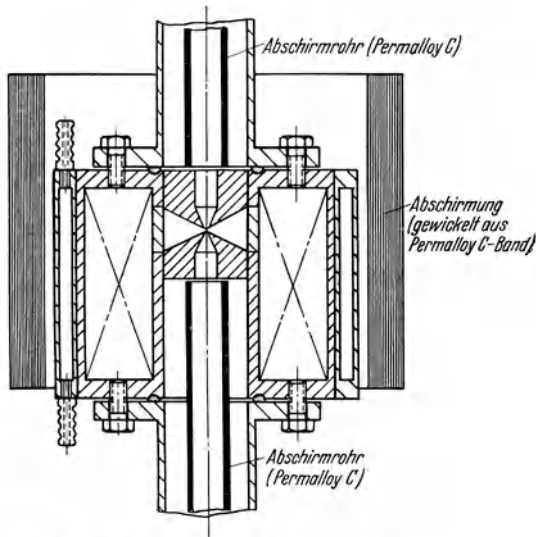


Abb. 111. Außenabschirmung einer normalen magnetischen Polschuhlinse.

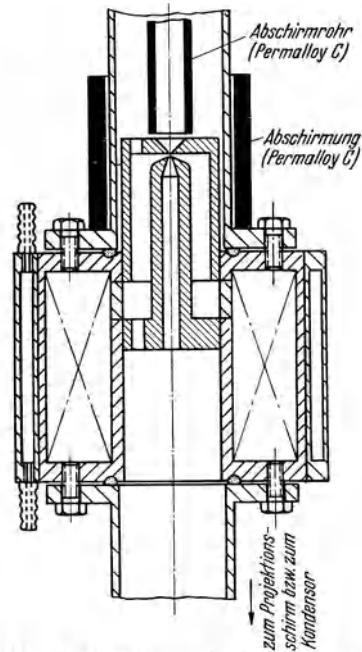


Abb. 112. Abschirmung des Polschuhsraumes einer magnetischen Linse mit herausgeführten Polschuhsystem.

Die in den beiden vorstehenden Abschnitten gebrachten Konstruktionsbeispiele lassen erkennen, daß die kurzbreitigen Elektronenlinsen der Übermikroskope in mechanischer Hinsicht schon verhältnismäßig kompliziert sind. Es bedarf daher erheblicher Konstruktionsarbeit, um Objekthalterungen und Objektschleusen so mit den Linsensystemen zu kombinieren, daß die Gesamtkonstruktionen trotzdem nicht allzu kostspielig werden.

### III. Die Objekthalterungen und Objektschleusen.

Die Objekthalterungen und die Vorrichtungen, die dazu dienen, das Objekt in den Vakuumraum ohne Lufteinlaß in die Gesamtapparatur einzubringen, sind konstruktiv unterschiedlich auszuführen, je nachdem, ob mit Objektdurchstrahlung, mit Objektbeobachtung in Aufsicht, mit den Strahlengängen des normalen Elektronenmikroskopes oder mit den Strahlengängen der Sondenmikroskope gearbeitet wird. Da die konstruktiven Abwandlungen zur Anpassung an das jeweilig benutzte Abbildungsverfahren nicht sehr erheblich sind, mag es hier genügen, die Bauweise von Objekthalterungen und Objektschleusen allein für das wichtigste Abbildungsverfahren (Objektbeobachtung in Durchsicht mit dem normalen Elektronenmikroskop) zu diskutieren.

## 1. Die Ausführung des Objektträgers.

Beim Durchstrahlungsverfahren haben die Objekte den Charakter dünnster Schichten ( $10^{-5}$  bis  $10^{-3}$  mm Dicke). In sehr vielen Fällen werden, wie hier

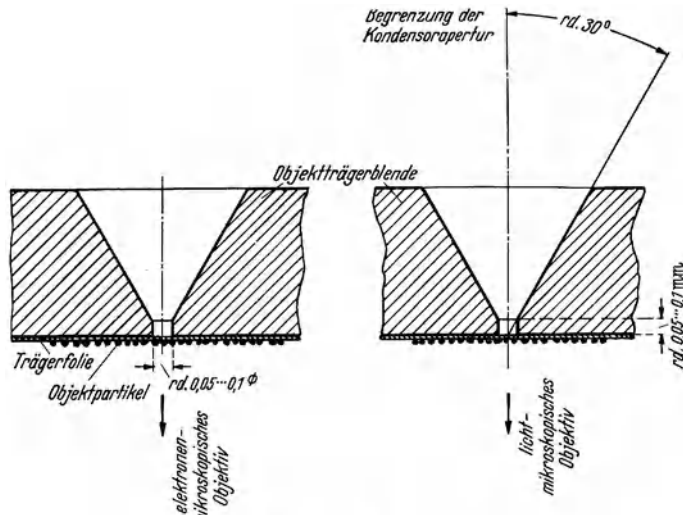


Abb. 113. Die Objektträgerblende.

vorweggenommen sei, die zu untersuchenden Objektartikel auf eine möglichst dünne und strukturlose Trägerfolie aufgebracht. Die Trägerfolie wird, wie in Abb. 113 links veranschaulicht, auf eine metallische und mit einer feinen Bohrung versehenen Objektträgerblende aufpräpariert. Je dünner die Objektträgerfolie ist, desto besser ist der Kontrast bei Objekten kleinster Massendicke und desto geringer sind die Verluste der abbildenden Strahlung. Die Erfahrungen bei der weiter unten ausführlicher besprochenen Trägerfolienherstellung zeigen nun, daß die Zerreißwahrscheinlichkeit bei Folien kleinster Dicke mit dem Durchmesser der Bohrung im Objektträger abnimmt. Aus diesem Grunde und ferner zur Erleichterung der lichtmikroskopischen Lokalisierung des winzigen übermikroskopischen Gesichtsfeldes ist man dazu übergegangen, den Objektträgerbohrungen einen Durchmesser von 0,05 bis 0,1 mm zu geben. Löcher dieser Feinheit entsprechen etwa der Grenzleistung üblicher mechanischer Bohrmethoden und sind zugleich noch verhältnismäßig leicht mit Haar- oder Glassonden zu reinigen. Für spezielle Objekte kann es wünschenswert sein, eine spaltförmige Durchtrittsöffnung zu haben. Ein Objektträger mit spaltförmiger Öffnung ist schematisch in Abb. 114 gezeichnet. Er wird dadurch erhalten, daß ein Materialstück von etwas größeren Abmessungen als der endgültige Objektträger mit einer axialen, einseitig angesenkten Bohrung von beispielsweise 0,1 mm versehen und dann eingespannt wird, bis die Bohrung zu einem Spalt

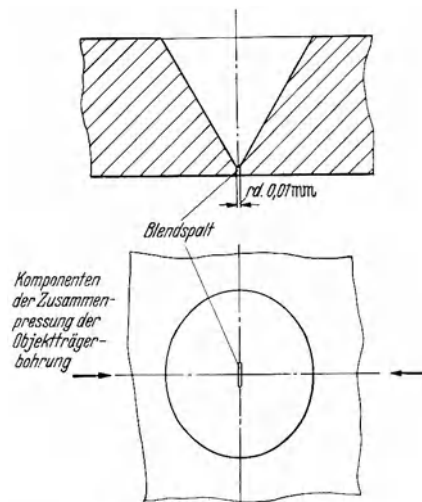


Abb. 114. Spaltobjektträgerblende.



gewünschter Breite deformiert ist. Anschließend wird das Materialstück auf die endgültige Form abgedreht und die zur Aufnahme der Folie bestimmte Seite plan geschliffen. Vor dieser Bearbeitung ist der Spalt z. B. mit Schellack auszufüllen, um das Eindringen von Metallspänen zu vermeiden. Auf diese Weise ließen sich Spaltobjektträger mit bis zu  $3 \cdot 10^{-3}$  mm Spaltweite systematisch anfertigen.

Um die Zerreißgefahr der Objektträgerfolie, die gemäß Abb. 113 und 114 auf die plane Seite der Objektträgerblenden aufgezogen wird, auf dem Minimum

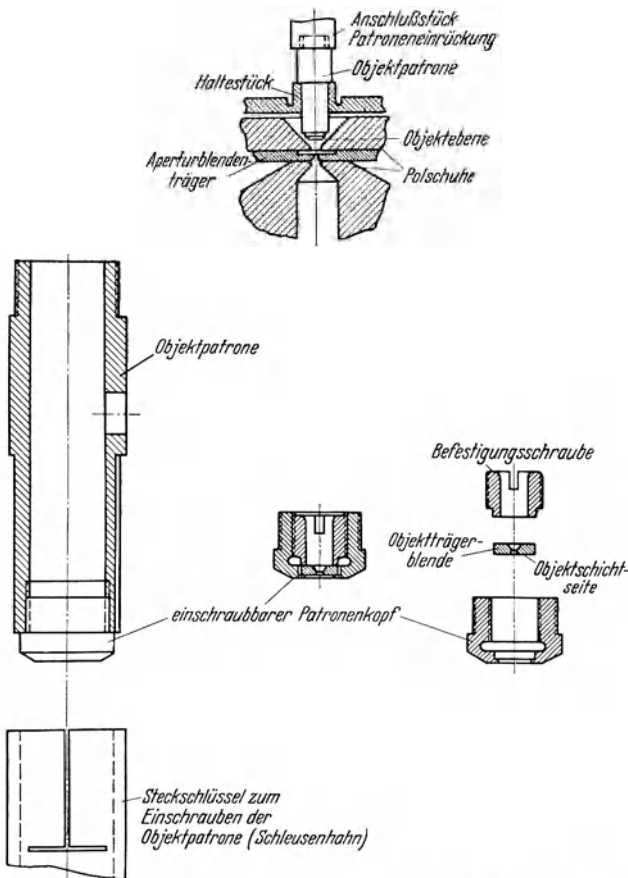
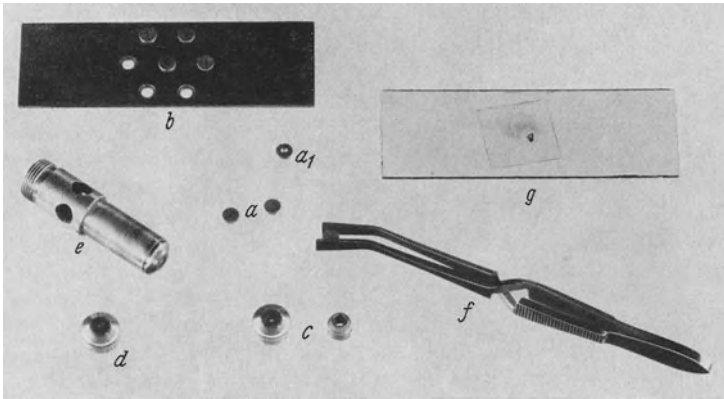


Abb. 115. Halterung der Objektträgerblende in einer einschleusbaren Patrone.

zu halten, ist jeder Bohrgrat auf das Sorgfältigste zu entfernen und die Planfläche zweckmäßig zu polieren. Das Material des Objektträgers ist so auszusuchen, daß durch Wasser oder Lösungsmittel eine Korrosion nicht eintreten kann. Besonders vorteilhaft ist Platin, weil es eine bequeme chemische Reinigung von Objektträger und Bohrung zuläßt. Der Bohrprozeß ist so zu führen, daß die Tiefe des Bohrloches etwa gleich dem Lochdurchmesser wird. Geringere Bohrlochtiefen gefährden die Güte der mechanischen Ausführung und lassen einen Blendrand geringer Dicke entstehen, der möglicherweise bereits von den Elektronen teilweise durchstrahlt wird. Eine größere Bohrlochtiefe ist ebenfalls schädlich, weil

durch sie die Kondensorapertur bei lichtmikroskopischer Untersuchung des übermikroskopischen Objektes unnötig begrenzt wird. Nicht nur bei der Bohrlochmessung, sondern auch bei der ganzen übrigen Formgebung der Objektträgerblende ist dafür zu sorgen, daß die präparierte Objektträgerblende leicht und ohne kritische Verringerung des Auflösungsvermögens in den Strahlengang eines Lichtmikroskopes eingefügt werden kann. Die Objektträgerblende muß zwangsläufig sehr klein ausgeführt sein, weil sie in unmittelbarer Nähe des optischen Schwerpunktes des Objektivsystems ihren Platz hat. Um sie trotzdem bequem handhaben zu können, ist man dazu übergegangen, sie in eine größere *Objektpatrone* einzusetzen. Diese Objektpatrone gestattet zugleich die Kombination mit einer mechanischen Objektverstellung. Ein Ausführungsbeispiel für die Unterbringung der Objektträger-

zu halten, ist jeder Bohrgrat auf das Sorgfältigste zu entfernen und die Planfläche zweckmäßig zu polieren. Das Material des Objektträgers ist so auszusuchen, daß durch Wasser oder Lösungsmittel eine Korrosion nicht eintreten kann. Besonders vorteilhaft ist Platin, weil es eine bequeme chemische Reinigung von Objektträger und Bohrung zuläßt. Der Bohrprozeß ist so zu führen, daß die Tiefe des Bohrloches etwa gleich dem Lochdurchmesser wird. Geringere Bohrlochtiefen gefährden die Güte der mechanischen Ausführung und lassen einen Blendrand geringer Dicke entstehen, der möglicherweise bereits von den Elektronen teilweise durchstrahlt wird. Eine größere Bohrlochtiefe ist ebenfalls schädlich, weil durch sie die Kondensorapertur bei lichtmikroskopischer



*a* Objektträgerblenden (*a<sub>1</sub>* von Strahleneinfallseite gesehen). *b* Objektträgerblenden auf Trägerplatte (zur Folienherstellung, Beschickung und lichtmikroskopischen Untersuchung). *c* Patronenkopf mit Mutter zur Festhaltung der Objektträgerblende. *d* Patronenkopf mit eingesetzter Objektträgerblende. *e* Objektpatrone mit Patronenkopf. *f* Pinzette mit Objektträgerblende. *g* Lichtmikroskopischer Objektträger mit Deckglas (als Vergleichsmaßstab).

Abb. 116. Halterung und Handhabung der Objektträgerblenden.

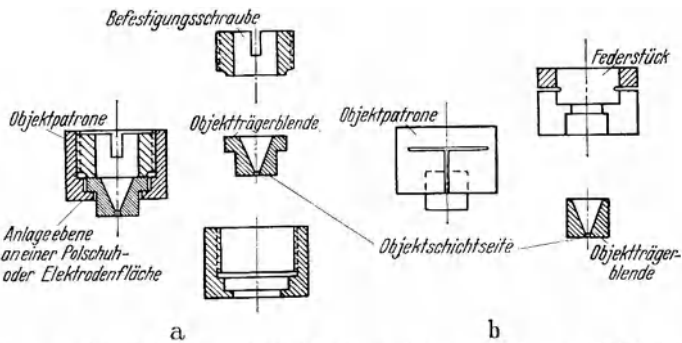
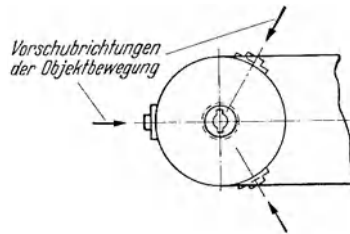
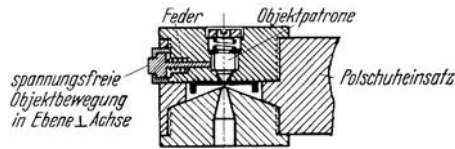


Abb. 117a und b. Halterung der Objektträgerblende in herausnehmbarem Polschuhsystem.

blende in einem einschraubbaren Patronenkopf vermittelt die Zeichnung Abb. 115. Die gezeichnete Bauweise der Objektpatrone empfiehlt sich besonders für die weiter unten besprochene Objektschleuse mit einem einzigen Schleusenbahn. Die Ansicht von Objektträgerblenden und Blendenhalterungen nach Art der Abb. 115 sind in Abb. 116<sup>1</sup> wiedergegeben.

Während bei der soeben besprochenen Halterung der Objektträgerblende die Objektpatrone vom benachbarten Linsensystem getrennt gehalten ist, zeigt Abb. 117 eine vom Verfasser benutzte Ausführung, bei der die *Objektpatrone unmittelbar mit dem Linsensystem verbunden* ist. Diese Ausführungsform hat den grundsätzlichen Vorteil größter mechanischer Stabilität. Selbst für ein Auflösungsvermögen von  $10^{-6}$  mm und für den Fall, daß Belichtungszeiten von vielen Minuten zur Anwendung kommen, gewährleistet diese Bauweise eine genügende Lagenkonstanz des Objektes. In der Abbildung sind zwei verschiedene Formen der Objektträgerblende und der Objektpatrone gezeichnet. Bei der Ausführungsform Abb. 117a wird die Objektträgerblende in der schon bekannten Weise eingeschraubt, während bei der Anordnung Abb. 117b die Objektträgerblende in eine federnd ausgeführte Objektpatrone eingesteckt wird. Bei dieser Bauweise käme grundsätzlich auch eine unmittelbare Einfügung einer entsprechend abgewandelten Objektträgerblende in das Linsensystem in Frage. Die beiden zuletzt angedeuteten Möglichkeiten haben den Vorzug besonders einfacher Handhabung.

Die Halterungen der Objektträgerblende sind in den gezeichneten Ausführungsbeispielen mit den Polschuhen magnetischer Linsen kombiniert. Die Grundgedanken der Konstruktionen lassen sich ohne weiteres auch auf Anordnungen mit elektrostatischen Linsen übertragen.

## 2. Die Objektbewegung.

Bei der Kleinheit des Gesichtsfeldes von stark vergrößernden Elektronenmikroskopen ist es unbedingt notwendig, Maßnahmen vorzusehen, die ein Einrücken bestimmter Objektzonen in das Gesichtsfeld gestatten. Folgende Wege zur *scheinbaren* oder *reellen Objektbewegung* haben Bedeutung erlangt:

1. Verbiegung des Strahlenganges vor und hinter dem Objekt durch mechanische Verstellungen oder bzw. und durch Ablenkkfelder bei feststehendem Objekt.
2. Mechanische Bewegung des Objektes bei feststehendem Strahlengang.

Mit Rücksicht auf die Abbildungsfehler (insbesondere den chromatischen Auslenkfehler) und die Kleinheit der Aperturen ist in der Regel die reelle *Objektverschiebung auf mechanischem Wege* vorzuziehen. Bei der Kleinheit der Bohrung der Objektträgerblende genügen Objektverstellungen, die seitliche Objekt-auslenkungen von wenigen Zehntel Millimetern zulassen, vollkommen. Wichtig ist, daß zwischen Antrieb und tatsächlicher Objektbewegung eine Untersetzung eingeführt wird, um Objektbewegungen der Größenordnung weniger Tausendstel Millimeter bequem zu beherrschen. Eine Möglichkeit zur Objektverschiebung durch *Verkanten der Objekthalterung*, die bei der Bauweise Abb. 115 beispielsweise leicht anwendbar ist, wird durch Abb. 118 schematisch dargestellt. Die Größe der Untersetzung kann hier in weiten Grenzen durch entsprechende Bemessung der Längen  $L$  und  $l$  variiert werden. Bei der Objektbewegung durch Verkanten der Halterung tritt zugleich mit der gewünschten seitlichen Objektbewegung auch eine Veränderung des Abstandes zum Schwerpunkt der benachbarten Linse ein. Infolge der großen Tiefenschärfe ist nur bei stärkeren

<sup>1</sup> Entnommen aus H. RUSKA: Übermikroskopische Untersuchungstechnik. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 287.

Objektbewegungen ein Nachregeln der Scharfstellung notwendig. Die verhältnismäßig großen Abmessungen der Objekthalterung besonders bei von der Linse getrennter Auflage der Objekthalterung bringen die Gefahr mit sich, daß insbesondere bei längeren Belichtungszeiten Lagenänderungen durch thermische Einflüsse und mechanische Erschütterungen möglich werden, die nicht mehr klein gegenüber  $10^{-6}$  mm sind. Eine Abhilfe schafft die unmittelbare Lagerung der Objektträgerblende bzw. Objektträgerpatrone am Linsensystem gemäß der bereits besprochenen Abb. 117. Hier erfolgt die *Objektbewegung durch stoßweisen Vorschub* des federnd an eine Anlagefläche angebrachten Objektträgerereinsatzes. Nach Betätigung des Vorschubes in der gewünschten Richtung kann die Stoßstange wieder zurückgezogen werden, so daß der Objektträgerereinsatz völlig spannungsfrei gegen seitige Verschiebungen gelagert ist. Selbstverständlich empfiehlt es sich, hier zwischen Stoßstange und Antrieb wieder eine Untersetzung (z. B. durch Zahnräder oder Schneckengetriebe) einzuführen. Weiterhin ist es ratsam, einen Anschlag anzubringen, um Fehlbedienungen des Bewegungsmechanismus zu verhindern.

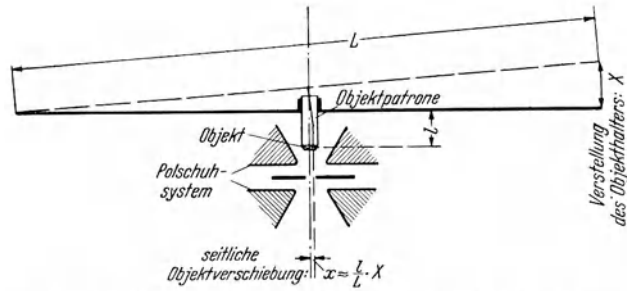


Abb. 118. Objektverschiebung durch Verkantungen der Objekthalterung.

Die *scheinbare Objektbewegung* durch Einbau von variablen Ablenkkfeldern in den Strahlengang hat bei den Sondenmikroskopen größere Bedeutung erlangt und ist dort schon ausführlicher besprochen. Die anderen Abbildungsverhältnisse, die eine Rückführung des Strahlenganges überflüssig werden lassen, haben zur Folge, daß bei diesen Instrumenten für kleinere Gesichtsfeldverschiebungen die nicht mechanische Methode mit ihrem Vorteil großer konstruktiver Einfachheit bevorzugt wird.

Die *scheinbare Objektbewegung* durch Einbau von variablen Ablenkkfeldern in den Strahlengang hat bei den Sondenmikroskopen größere Bedeutung erlangt und ist dort schon ausführlicher besprochen. Die anderen Abbildungsverhältnisse, die eine Rückführung des Strahlenganges überflüssig werden lassen, haben zur Folge, daß bei diesen Instrumenten für kleinere Gesichtsfeldverschiebungen die nicht mechanische Methode mit ihrem Vorteil großer konstruktiver Einfachheit bevorzugt wird.

### 3. Die Objektschleuse.

Das Evakuieren der Elektronenmikroskope erfordert wegen der großen gasabgebenden Oberfläche nicht unerhebliche in einem späteren Abschnitt ausführlicher besprochene Zeiten, bis der Druck im Innern auf einen Wert herabgesetzt ist, der einen spannungssicheren Betrieb bei guter Kathodenlebensdauer sicherstellt. Andererseits ist ein möglichst schnelles Auswechseln der Objekte und auch des photographischen Materials erwünscht, um die Bedienungszeiten klein zu halten. Man ist daher heute durchweg bestrebt, die Objektwechseleinrichtung, die Photomaterialwechseleinrichtung und gegebenenfalls auch die Kathodenwechseleinrichtung konstruktiv so zu gestalten, daß im Verlauf des Auswechsellvorganges keine Verbindung des Hauptvakuumraumes mit der Außenluft hergestellt wird. Das hierbei zur Anwendung kommende wichtige Konstruktionsprinzip, das in Abb. 119 angedeutet ist, hat die Bezeichnung *Vakuumschleuse* erhalten. Sie ist gegenüber der normalen Schleuse dadurch verkompliziert, daß im allgemeinen vor der Freigabe der inneren Öffnungen der Schleusenraum auf Vorvakuum evakuiert werden muß. Nur in Sonderfällen, wo der Schleusenraum extrem klein gegenüber dem Vakuumraum des übrigen Instrumentes ist und bzw. oder die Evakuierung des Gesamtinstrumentes durch Pumpen erfolgt, die mit mäßigem oder gar keinem Vorvakuum auskommen, erübrigt sich die Vorvakuum-Zwischenstufe. Bei Öldiffusionspumpen, die im

Gegensatz zu Quecksilberdiffusionspumpen (erforderliches Vorvakuum 5 bis 20 tor) ein außerordentlich gutes Vorvakuum (Größenordnung  $10^{-2}$  tor) verlangen, ist die Vorevakuierung des Schleusenraumes auch bei sehr kleinen Abmessungen des letzteren nicht zu umgehen. Die konstruktive Gestaltung der Wechseinrichtungen hängt daher mit Typ und Daten der zur Anwendung kommenden Hauptpumpe zusammen. Die meisten in diesem und folgenden Abschnitt gezeichneten Wechseinrichtungen sind im Interesse universeller

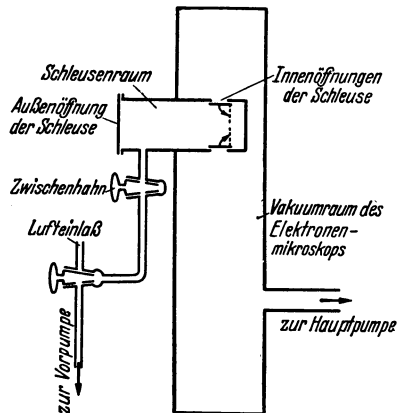


Abb. 119. Prinzipschema der Vakuumschleuse.

Verwendbarkeit so konstruiert, daß die Möglichkeit der Vorevakuierung gegeben ist.

Die Forderungen, die an eine Vakuumschleuse im allgemeinen gestellt werden müssen, sind folgende:

1. Möglichst kleines Volumen des Schleusenraumes.

2. Möglichst wenig Hähne, Schiffe oder Ventile zur Betätigung der Schleuse.

3. Einwandfreie Vakuumdichtung.

4. Übersichtliche, möglichst automatische Lufteinlaß- und Pumpenschaltung.

Im Falle der Objektschleuse kommen hierzu noch folgende spezielle Forderungen:

5. Fettfreiheit aller den Strahlengang umschließenden Wandungsteile.

6. Zwangsläufige und einfache Bedienung.

7. Durch grobmechanische Verstellung muß eine hinreichend feine Objektbewegung bei nachträglich konstanter Lage möglich sein.

8. Die Schleuse muß in Verbindung mit dem Objektivsystem so ausgeführt sein, daß der Objektivsinsatz zum Zwecke der Reinigung und Zentrierung der Aperturblende leicht herausnehmbar ist.

9. Die Anbringung einer wirksamen magnetischen Abschirmung in der Objekt- und Objektivzone muß möglich sein.

Die Vereinigung aller dieser Forderungen hat sehr erhebliche Gedankenarbeit notwendig werden lassen. Eine *Objektwechseinrichtung mit Schleusenbahn*<sup>1</sup>, die besonders geeignet ist, um den Vorgang der Objekteinschleusung verständlich zu machen, ist in Abb. 120 gezeichnet. Zur Einschleusung einer präparierten Objektträgerblende wird diese zunächst in die Objektpatrone eingesetzt. Darauf wird die ganze Patrone mit Hilfe eines Schlüssels durch den in Abb. 120 oben links erkennbaren schrägen Kanal in die Bohrung des Schleusenhanes eingeschraubt. Sodann wird der Schleusenhahn gedreht, bis diejenige durch eine Raste zwangsläufig bestimmte Hahnstellung erreicht ist, wo Achse der Hahnbohrung und optische Achse des Mikroskops zusammenfallen. Weiterhin wird durch den gezeichneten Hilfsschliff über eine Zahnstange ein Führungsrohr in die Hahnbohrung gesenkt, das schließlich die Objektpatrone in ein Haltestück einrückt. In dieser Lage befindet sich der Objektkopf in seiner Endstellung unmittelbar am Objektiv. Nach Durchführung der Objektbeobachtung und der photographischen Aufnahme wird die Objektpatrone durch Rückwärtsdrehen des Hilfsschliffes gegebenenfalls unter Mitwirkung einer in die Hahnbohrung eingebauten Federeinrichtung wieder herausgehoben, bis schließlich die Objektpatrone infolge des vorgesehenen Anschlages wieder ganz

<sup>1</sup> Dieses Schleusenprinzip findet sich erstmalig beschrieben von B. v. BORRIES u. E. RUSKA: Vorläufige Mitteilung über Fortschritte im Bau und in der Leistung des Übermikroskopes. Wiss. Veröff. Siemens-Werk Bd. 17 (1938) Heft 1 S. 99. — RUSKA, E.: DRP. 659 092 vom 12. 12. 1934.

von der Hahnbohrung aufgenommen ist. Nunmehr wird der Schleusenhahn auf die Anfangsstellung zurückgedreht und die Objektpatrone herausgeschraubt.

Von der Anfangsstellung aus wird der Hahn zur *Evakuierung* entgegen dem Uhrzeigersinne um einen Winkel von 45° gedreht, bis die Hahnbohrung dem

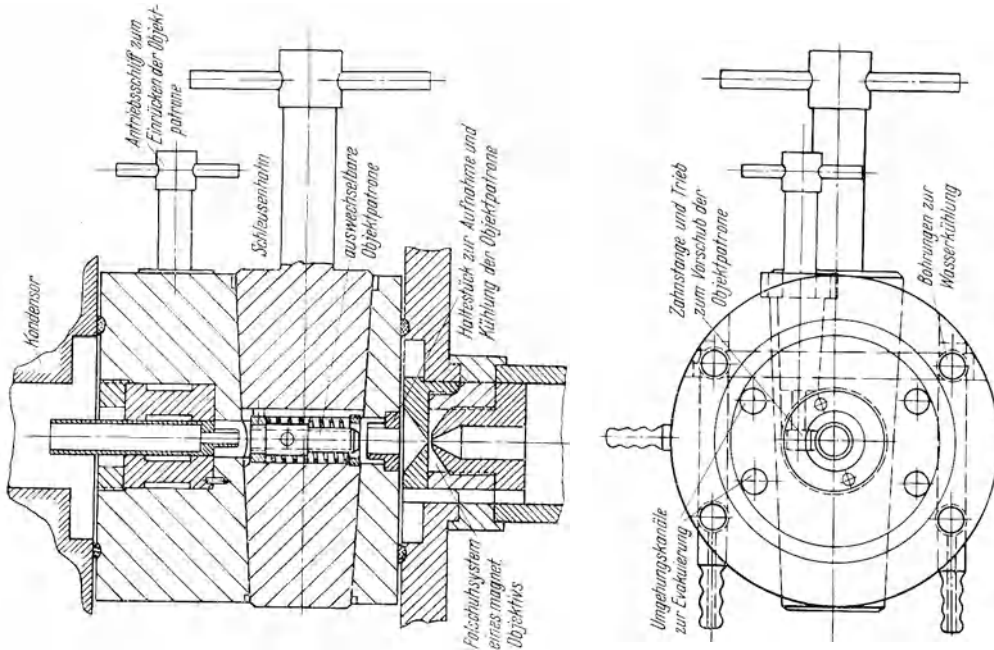
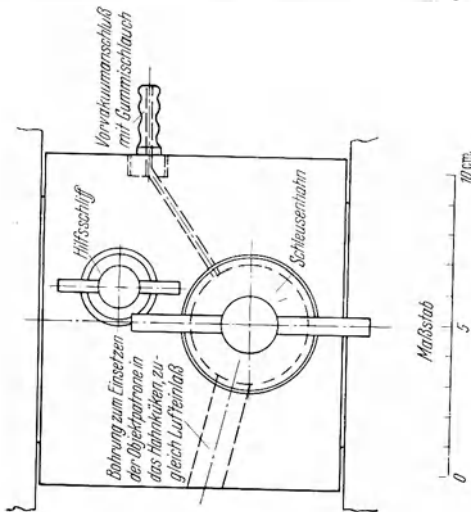


Abb. 120. Objektwechseinrichtung mit einem Schleusenhahn.



gezeichneten Vorvakuumkanal gegenübersteht. Nach Beendigung der Vorvakuumierung des Schleusenraumes wird der Schleusenhahn in seine Endstellung gedreht und damit der Schleusenraum mit dem Vakuumraum des Gesamtinstrumentes in Verbindung gebracht. Der Lufteinlaß beim Ausschleusen der Objekte erfolgt bei der besprochenen Anordnung automatisch. Die Objektwechseinrichtung mit einem Schleusenhahn erfüllt bereits die Mehrzahl der oben aufgestellten Bedingungen 1—9. Besonders gut sind die Forderungen 1, 2, 4, 5 und 6 berücksichtigt. Dagegen ist wegen der großen Bohrung im Hahnkücken die Forderung 3 nicht ideal erfüllt. Nachteilig ist bei

der gezeichneten Ausführung weiterhin, daß der Objektiveneinsatz nur bei Demontage der oberen Teile des Instrumentes herausnehmbar ist und daß die magnetische Abschirmung der Objekt- und Objektivzone größeren Materialaufwand erfordert, wenn nicht das Objektivsystem konstruktiv herausgehoben wird.

Die Vereinigung der besprochenen Objektschleuse mit den Einrichtungen zur Objektbewegung und zur Zentrierung der Optiken geht aus der weiteren

Zeichnung Abb. 121 hervor. Die Objektbewegung geschieht hier durch Horizontalverschiebung des ganzen Schleusen- und Kondensorteiles. Die diese Verschiebung ermöglichenden Gummidichtungen lassen eine ausreichende Objektbewegung zu. Die Zentrierung des Kondensorsystems und die Zentrierung des Strahlerzeugungssystems erfolgt ebenfalls unter Zuhilfenahme von Gummidichtungen in Verbindung mit Stellschrauben. Ein Nachteil dieser einfachen

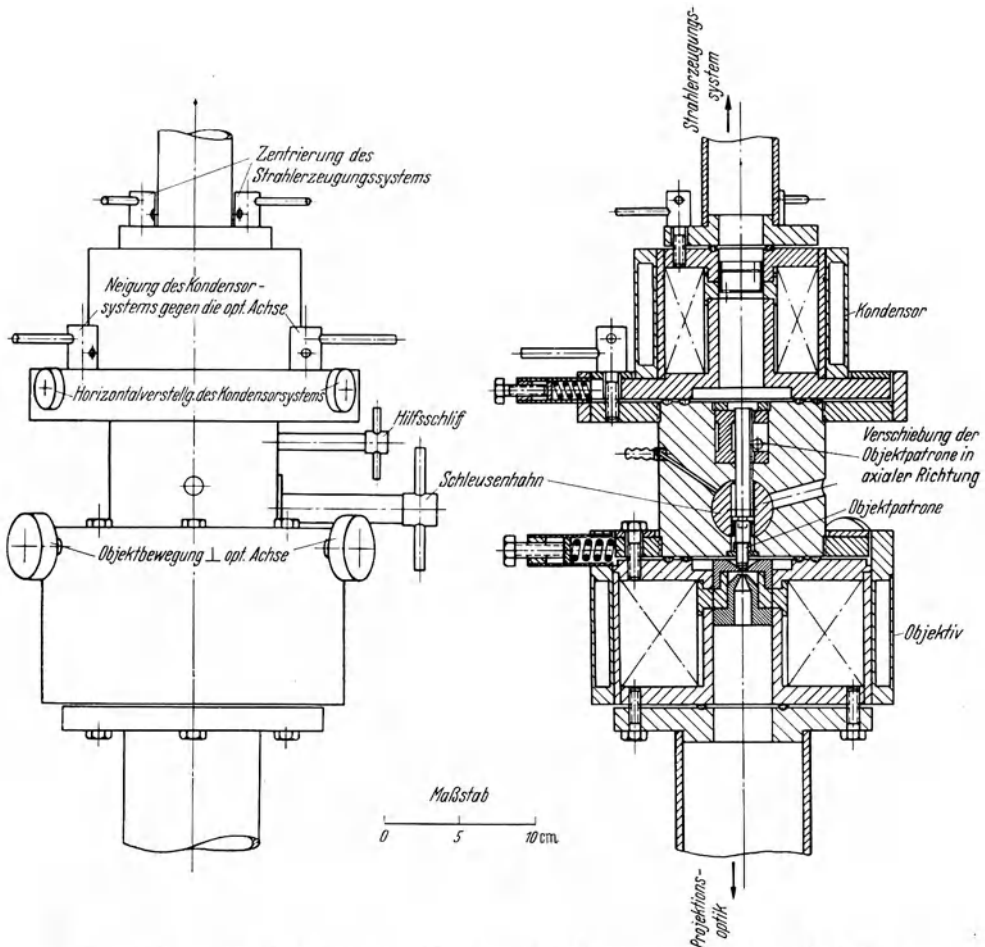


Abb. 121. Konstruktive Vereinigung von Objektschleuse, Objektbewegung und Zentrierung der Optiken.

Anordnung besteht darin, daß bei Objektverschiebungen das Kondensorsystem und das Strahlerzeugungssystem mit verstellt werden, so daß Nachjustierungen des Beleuchtungssystems bei stärkeren Objektverstellungen notwendig werden.

Eine weitere Objektwechseinrichtung mit auswechselbarer Objektpatrone, die die meisten Nachteile der besprochenen Objektwechseinrichtung mit Schleusenbahn umgeht, ist in Abb. 122 gezeichnet. Hier wird die Objektpatrone mit Hilfe einer *Vakuumpurbel* aus einem Hilfsschleusenraum bis zum Erreichen der optischen Achse seitlich geführt und dann durch Weiterdrehen der Kurbel automatisch in axialer Richtung eingerückt. Da der Schleusenraum hier leicht sehr klein gehalten werden kann, ist bei dieser Konstruktion auf die Vorvakuum-Zwischenstufe vollständig verzichtet worden. Nach erfolgter Beobachtung oder

Aufnahme wird die Objektpatrone durch Zurückdrehen der Vakuumkurbel in den Schleusenraum zurückbefördert, wobei in dieser Anfangsstellung automatisch eine *Abdichtung* des *Schleusenraumes* gegen den Hauptvakuumraum durch die gezeichnete *Gummidichtung* gegeben ist. Es sei darauf hingewiesen, daß an Stelle des angedeuteten Transportmechanismus auch ein Lenkergetriebe zur Anwendung kommen kann. Das Objektivsystem ist hier herausgehoben, magnetisch geschirmt und als Ganzes leicht seitlich herausnehmbar. Die Objektbewegung erfolgt ebenso wie bei der zuvor besprochenen Objektwechseleinrichtung durch Verkanten der Objektpatronenhalterung, jedoch ist hier die

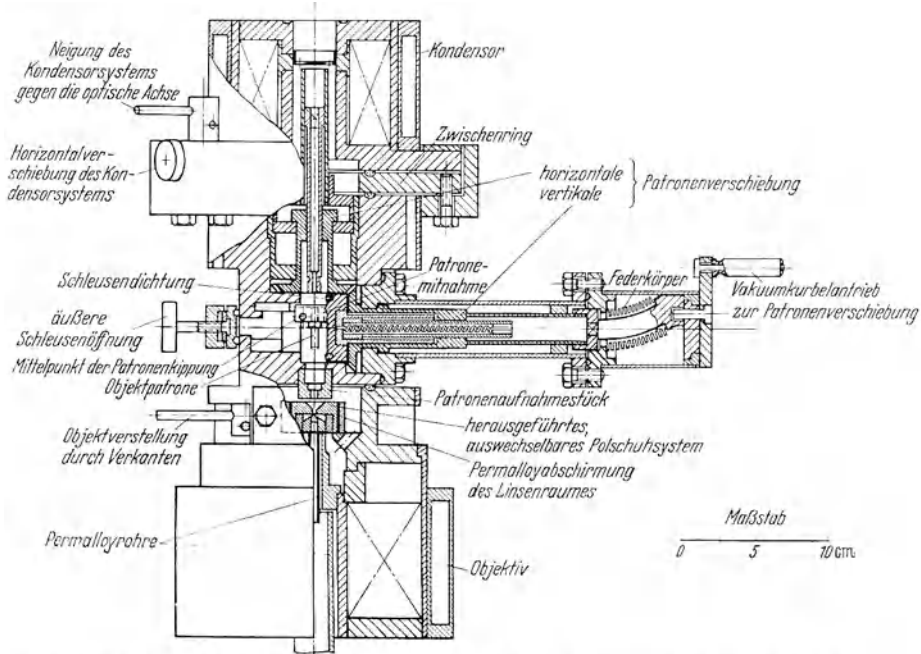


Abb. 122. Objektwechseleinrichtung mit einem einzigen Antrieb und auswechselbarem Polschutzsystem.

Anordnung so getroffen, daß die *Justierung des Beleuchtungssystems unabhängig von der Objektverstellung* ist. Die Objektwechseleinrichtung nach Abb. 122 erfüllt auch diejenigen Bedingungen, die bei der Konstruktion Abb. 121 noch nicht genügend Berücksichtigung gefunden haben. Lediglich die Bedingung 7 ist auch bei dieser Konstruktion noch nicht so weitgehend beachtet, daß die für höchstes Auflösungsvermögen und lange Belichtungszeiten erforderliche extrem große Objektlagenkonstanz gewährleistet ist. Für Spitzenleistungen wird es, wie schon oben erwähnt, notwendig sein, die Objekthalterung mit dem Linsensystem konstruktiv zu vereinigen. In diesem Falle muß entweder die Objektpatrone in ähnlicher Weise wie bei den besprochenen Konstruktionen getrennt eingebaut und in den Objekthalter eingesetzt werden, oder das Linsensystem zum Einsetzen der Objektpatrone in den Außenraum gebracht werden. Dabei kann das Linsensystem durch geeignete Verschiebungen und Schleusen so mit dem Außenraum in Verbindung gebracht werden, daß ein Einsetzen der Objektpatrone möglich ist. Bei einer anderen Variation wird das Objekt-Objektivsystem bei jedem Objektwechsel als Ganzes herausgenommen. Die Ausschleusung des ganzen Linsensystems bringt den Vorteil mit sich, daß Reinigung und Zentrierung der Objektivblende besonders leicht gelingen und daß gegebenenfalls schon



in einer lichtmikroskopischen Hilfsanordnung die interessierende Objektzone in das Gesichtsfeld eingerückt werden kann. Diese Eigenschaft hat besondere Bedeutung bei Sondenmikroskopen.

Eine einfache *Objektschleuse mit herausnehmbarem Objektivsystem* ist in Abb. 123 dargestellt. In diesem Ausführungsbeispiel ist eine kurzbrennweitige elektrostatische Einzellinse für das Objektiv vorgesehen. Die nicht eingezeichnete

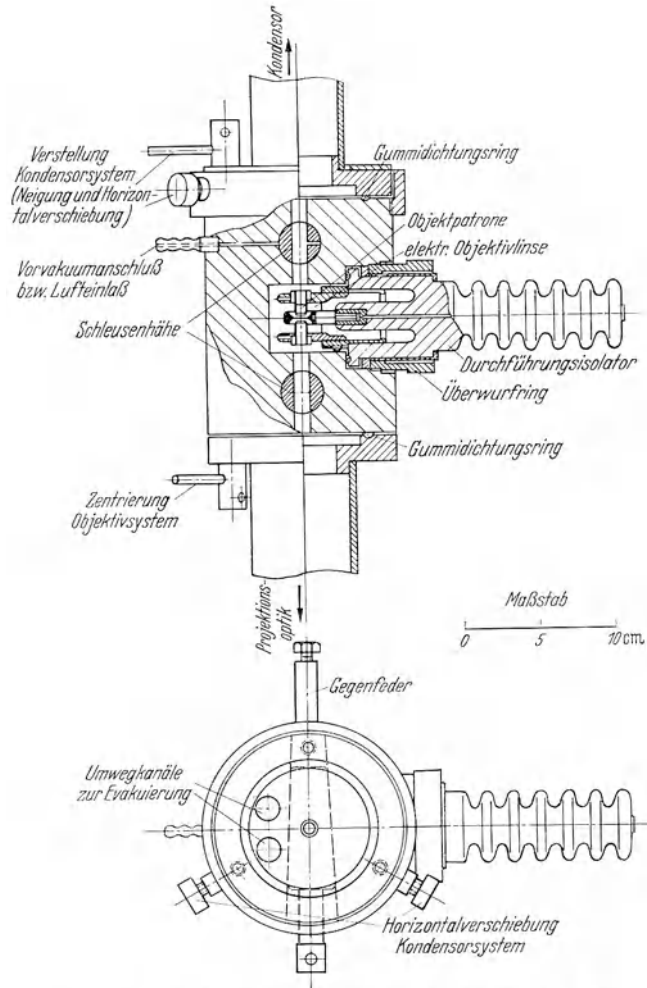


Abb. 123. Objektschleuse mit herausnehmbarem Objektivsystem.

Objektbewegungseinrichtung kann durch Einbau dreier senkrecht zur elektronenoptischen Achse angreifender von außen bewegter Stoßstangen ähnlich wie in Abb. 117 ausgeführt werden. Nachdem die Objektpatrone außen in die obere Linsenelektrode eingesetzt worden ist, wird die ganze, auf dem Durchführungsisolator montierte Einheit seitlich eingesetzt und mit Hilfe des Überwurfringes befestigt. Die Schleusenhähne sind während dieser Arbeitsperiode verriegelt. Der obere Hahn steht so, daß der zweite Kanal im Küken den Schleusenraum (Linsenraum) mit dem Vorvakuumschluß in Verbindung bringt. Nach

erfolgt Vorevakuierung werden die beiden Schleusenähne in die gezeichnete Stellung gedreht. Zur Herausnahme des Objektivsystems sind die Schleusenähne wieder in die schon besprochene Anfangsstellung zu bringen und der Außenhahn auf Lufteinlaß umzuschalten. Damit Störungen des Strahlenganges durch Aufladeerscheinungen an hervorquellendem Dichtungsfett der Hähne mit Sicherheit vermieden werden, muß hier gemäß der Skizze Abb. 124 durch ein System von Röhren und Blenden für Abschirmung der betreffenden Bereiche gesorgt werden. Diese Röhre sind in den Gebieten, wo eine magnetische Abschirmung notwendig ist, zweckmäßig aus hochpermeablen Materialien herzustellen. Die Anschläge, die die Lage des Objektivsystems gegenüber dem Hauptstrahlengang festlegen, müssen bei dieser Bauweise sehr präzise ausgeführt sein, damit eine Neujustierung der Optiken bei Objektauswechslung vermieden wird. Bei dem Ausführungsbeispiel Abb. 123 sind die Forderungen 1, 4 und 6 nicht ganz so gut erfüllt, wie bei der davor besprochenen Objektwechseleinrichtung. Dafür ist diese Anordnung mechanisch verhältnismäßig einfach herzustellen.

Eine Weiterentwicklung des Bauprinzips mit herausnehmbarem Objektivsystem wird durch die Konstruktionszeichnung Abb. 125 veranschaulicht. Hier sind an die Stelle der Metallhähne, die periodische Neufettungen erfordern, *Ventile mit Gummidichtungen* getreten. Die seitliche Ventilbewegung erfolgt durch einen Schraubenantrieb mit Federkörperdichtung. Objektivsystem, Objekthalterung und Vorrichtung zur Objektbewegung bilden eine geschlossene Einheit, die seitlich herausnehmbar ist. Vor dem Einsetzen des Objekt-Objektivsystems in den Strahlengang müssen sich die beiden Schleusenventile in der gezeichneten Stellung befinden. Nach dem Einsetzen und Abdichten wird über einen außen befindlichen Hahn die Vorvakuumpumpe mit dem Schleusenraum verbunden. Im Anschluß an die Vorevakuierung und nach Abtrennung der Vorvakuumpumpe werden die beiden Schleusenventile zurückgeschraubt. Um den auf Hochvakuum zu bringenden Raum besonders kleinzuhalten, ist eine zweite Gummidichtung an der vom Strahlengang abgekehrten Seite der Ventile vorgesehen. Soll das Objekt gewechselt werden, so sind die Ventile wieder in die gezeichnete Stellung zurückzuschrauben und über den schon erwähnten Hilfskanal eine Verbindung des Schleusenraumes mit der äußeren Luft herzustellen. Die oben aufgestellten Konstruktionsforderungen werden durch die Anordnung Abb. 125 in ähnlichem Umfange erfüllt, wie bei der Anordnung Abb. 123. Die von außen durch Verkanten vorgenommene Objektverstellung ist ebenso wie die bei der vorigen Anordnung vorgeschlagene Anstoßobjektbewegung ohne Rückwirkung auf die Justierungen der Optiken.

Die vorstehenden Konstruktionsbeispiele sind so ausgewählt, daß in ihnen fast alle Konstruktionsgedanken vorkommen, die bisher auf diesem Sektor im Zusammenhang mit der technischen Durchbildung der Elektronenmikroskope gefaßt worden sind. Welche Kombination der einzelnen Konstruktionsgedanken jeweils als günstigste anzusehen ist, hängt unter anderem davon ab, ob das

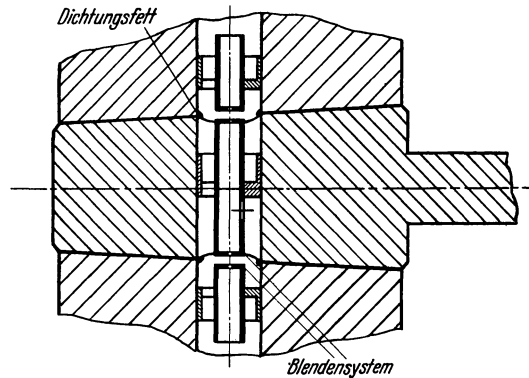


Abb. 124. Ausschaltung von Aufladestörungen an Dichtungsfettschichten bei Vakuumhähnen.

Instrument für die Herstellung von Spitzenleistungen, wo eine etwas kompliziertere Bedienung in Kauf genommen werden kann, oder für breitere Anwendung z. B. in medizinischen Kreisen gedacht ist.

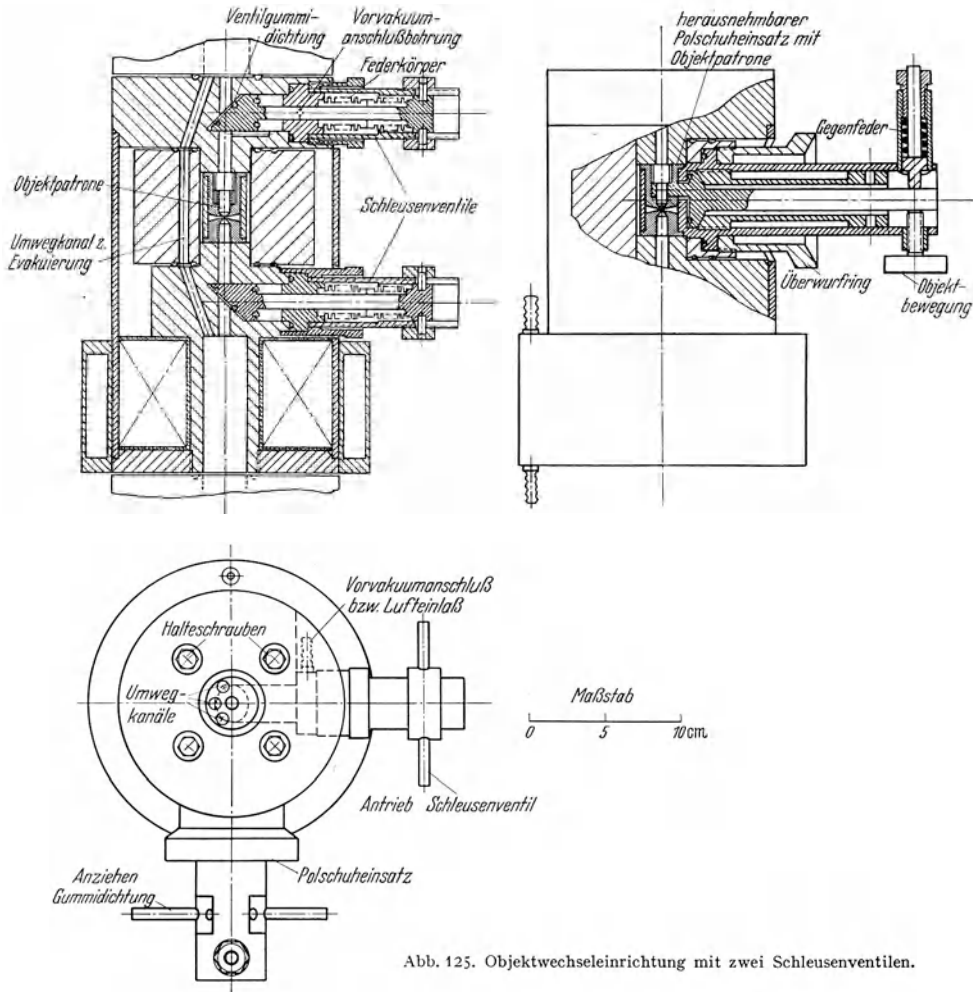


Abb. 125. Objektwechseleinrichtung mit zwei Schleusenventilen.

#### IV. Kamera und Photomaterialschleuse.

Die Konstruktion des Kamerateiles von Elektronenmikroskopen muß so getroffen sein, daß schnelle Betriebsbereitschaft und schnelle Aufnahmefolge gewährleistet sind. Um diese beiden Forderungen zu erfüllen, ist die Methode der Vakuumschleuse, die im vorausgegangenen Abschnitt ausführlich behandelt wurde, anzuwenden. Im Gegensatz zur Objektschleuse fordert die Photomaterialschleuse infolge der größeren Abmessungen des Photomaterials einen größeren Schleusenraum, so daß die Vorevakuierungszwischenstufe in den meisten Fällen nicht übersprungen werden kann. Zu bevorzugen sind solche Bauweisen, bei denen das Kassettenprinzip zur Erleichterung der Kamerabedienung angewendet werden kann. Gerade bei der hervorragenden Bedeutung der photographischen

Bildaufzeichnung für die Übermikroskopie lohnt es sich sehr, in den Kamerateil erhebliche Konstruktionsarbeit zu stecken.

Im Rahmen dieses Abschnittes soll wieder eine Reihe sorgfältig durchgearbeiteter Konstruktionsbeispiele gebracht und besprochen werden. Diese Beispiele sind ausgeführt für normale Elektronenmikroskope. Sie sind jedoch auch bei dem Schattenbildmikroskop zu benutzen. Beim Rastermikroskop werden besondere Registrieranordnungen notwendig, deren praktische Gestaltung weiter unten (Kapitel K IV) besprochen ist. Die Kameraausführung hängt davon ab, ob Platten oder Filme bzw. Papiere als photographisches Material vorgesehen sind. Die *Plattenkamera* ist für Einzelaufnahmen und für die Aufnahme kurzer Reihen vorzuziehen. Sie ist auch in vakuumtechnischer Hinsicht überlegen, da bei ihr verhältnismäßig wenig gasabgebendes Photomaterial in den Vakuumraum gelangt. Unbedingt notwendig wird die Plattenkamera, wenn bindemittelarme Photoschichten hin und wieder oder sogar regelmäßig in Anwendung kommen sollen, weil diese Spezialschichten nur auf einer Glasplatte als Träger die erforderliche Stabilität und Fehlerfreiheit besitzen. Die *Filmkamera* leistet wertvolle Dienste, wenn sehr viele Aufnahmen schnell nacheinander durchgeführt werden sollen.

### 1. Die Plattenkamera.

*Plattenschleusen mit einem Schleusenbahn* sind schon sehr frühzeitig<sup>1</sup> für Kathodenstrahloszillographen vorgeschlagen und entwickelt worden. Eine Abwandlung dieser Konstruktion für die Zwecke der Übermikroskopie vermittelt Abb. 126. Die einzuschleusende Platte wird hier über die in der Abbildung rechts unten eingezeichnete Gehäuseöffnung in die Aussparung eines konusförmigen Schliffes eingelegt. Der Schliff wird nunmehr im Sinne des Uhrzeigers um 120° gedreht. In dieser zweiten Stellung steht die Aussparung dem Vorkuumanschluß gegenüber, so daß die Vorevakuierung des Schleusenraumes erfolgt. Nach einer weiteren Drehung des Schliffes um 120° gelangt die Platte an den Hauptvakuumraum, so daß nach Aufklappen der mit dem Leuchtschirm versehenen Verschußplatte die Belichtung vor sich gehen kann. Da der Schliff drei Aussparungen besitzt, kann während der ganzen Zeit, in der eine Platte sich im Hauptvakuum befindet, die nächste Platte vorevakuieren werden, so daß der auf den Plattenwechsel kommende Pumpenzeitanteil besonders niedrig wird. Nach erfolgter Exposition wandert die belichtete Platte sofort an die Außenluft zurück.

Der Innenschliff sitzt in einem allseitig geschlossenen Gehäuse. Es steht frei, dieses Gehäuse entweder als Ganzes aus Bronzeguß oder aber aus Teilen durch Hartlösung herzustellen. In jedem Fall ist darauf zu achten, daß das Material des Innenschliffes und das Material des Gehäuses verschiedene Härten aufweisen, um ein gutes Einschleifen des Schliffes zu gewährleisten. Beispielsweise genügt es, Bronze und Messing als Materialien zu wählen. Der Innenraum des Schliffes steht durch einen kleinen Kanal im Innern oder über einen getrennten Anschluß mit dem Vorkuum in Verbindung. Der äußere Luftdruck bewirkt dann, daß der Schliff stets angepreßt wird und auch bei der Drehung dicht hält. Das überschüssige Dichtungsfett des Schleusenhanes, das am Rande der Aussparungen sich ansammelt, würde leicht die photographische Schicht verschmieren, wenn die letztere nicht durch einen Fettschutzrahmen von den Seitenwänden der Aussparungen getrennt wäre. Die photographischen Platten können mit Hilfe eines weiteren Rahmens, der federnd in den Fettschutzrahmen

<sup>1</sup> HOCHHÄUSLER, P.: Ein- und Ausführung von Platten und Filmen an Kathodenoszillographen ohne Störung des Hochvakuaums. ETZ Bd. 50 (1929) Heft 24 S. 860 und das DRP. 442465, Erfinder HOCHHÄUSLER (1925).

eingesetzt wird, in die Aussparungen des Schleusenhanes eingebracht werden. Die Lichtdichtung nach außen erfolgt zweckmäßig durch einen schwarzen Tuchsack, der während des Wechselsvorganges außen aufgesetzt wird.

Bei den angegebenen Abmessungen muß zur Drehung des Innenteiles ein kräftiger Knebel vorgesehen sein. Mechanische Übersetzungen zum Hahn-antrieb erübrigen sich bei der gezeichneten relativ schwachen Konussteigung. Die besprochene Wechseinrichtung mit einem Schleusenhan hat die Nachteile,

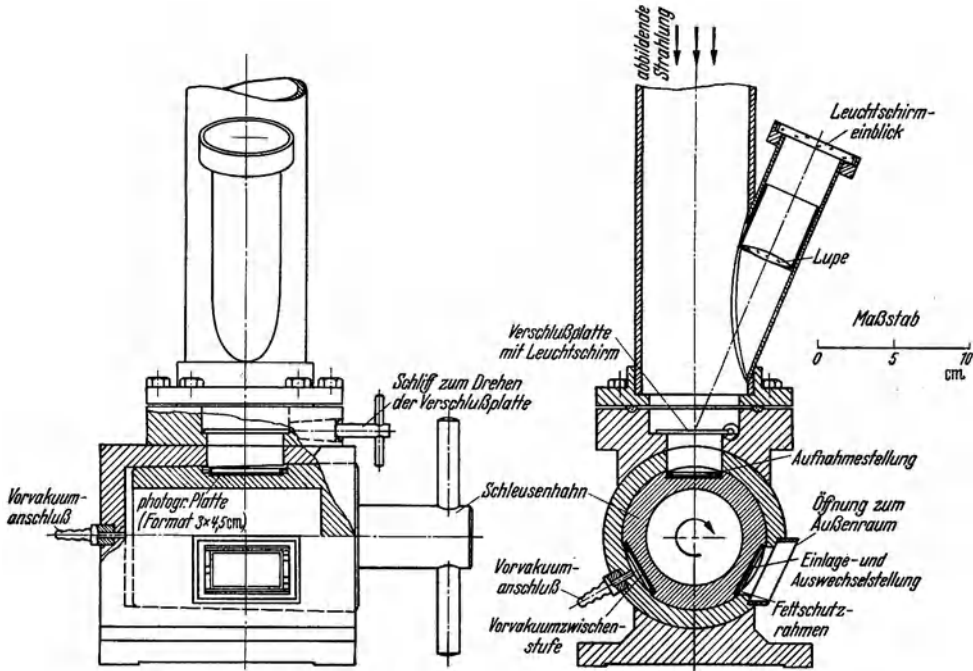


Abb. 126. Plattenschleuse mit einem Schleusenhan.

daß der Schleusenraum durch Fett abgedichtet wird und daß das Plattenformat stark beschränkt ist. Weiterhin ist das Einsetzen der Platten unhandlich, doch könnte dieser Mangel durch den Einbau von Hilfseinrichtungen mit Kassetten für das Platteneinsetzen behoben werden.

Eine *Plattenschleuse mit Gummidichtung*, die auch für größere Formate (in der gezeichneten Ausführung 5,5 · 5,5 cm) in Frage kommt, wird durch die Konstruktionszeichnung Abb. 127 veranschaulicht. Das zuerst beim Siemensmikroskop angewandte Prinzip dieser Wechseinrichtung besteht darin, daß eine Schleusenplatte zur Abtrennung des Schleusenraumes horizontal vor die Schleusenöffnung verschoben und dann durch eine Andrückvorrichtung gegen die Gummidichtung gepreßt wird. Die Schleusenplatte sitzt in einem Rahmen, der in einer Schlittenführung über eine Zahnstange von außen durch einen Antriebsschliff bewegt wird. Das Andrücken der viereckigen Schleusenplatte mit Gummidichtung erfolgt mit Hilfe von zwei wieder durch Schlitze angetriebenen Exzentern, die an zwei gegenüberstehenden Seiten der Schleusenplatte angreifen. Der Andrückvorgang wird noch zusätzlich durch den Luftdruck unterstützt. Die Ablösung der Schleusenplatte nach Rückwärtsdrehung der Exzenter und nach Vorevakuierung des Schleusenraumes erfolgt durch das Gewicht der massiven Schleusenplatte und hier nicht weiter gezeichnete

Federn. Die Plattenkassette wird nach Abdichten des Schleusenraumes und nach erfolgtem Lufteinlaß und schließlich nach Öffnung der Abschlußplatte in den Kassettenschlitten bei Tageslicht eingesetzt. Der Kassettenschieber wird dann am Gehäuse festgeklemmt, so daß die Kassette bei Bewegung des Kassettenschlittens nach Abdichtung der Außenöffnung automatisch geöffnet wird. Durch Drehen des weiteren Schliffes für die Kassettenbewegung kann die Platte

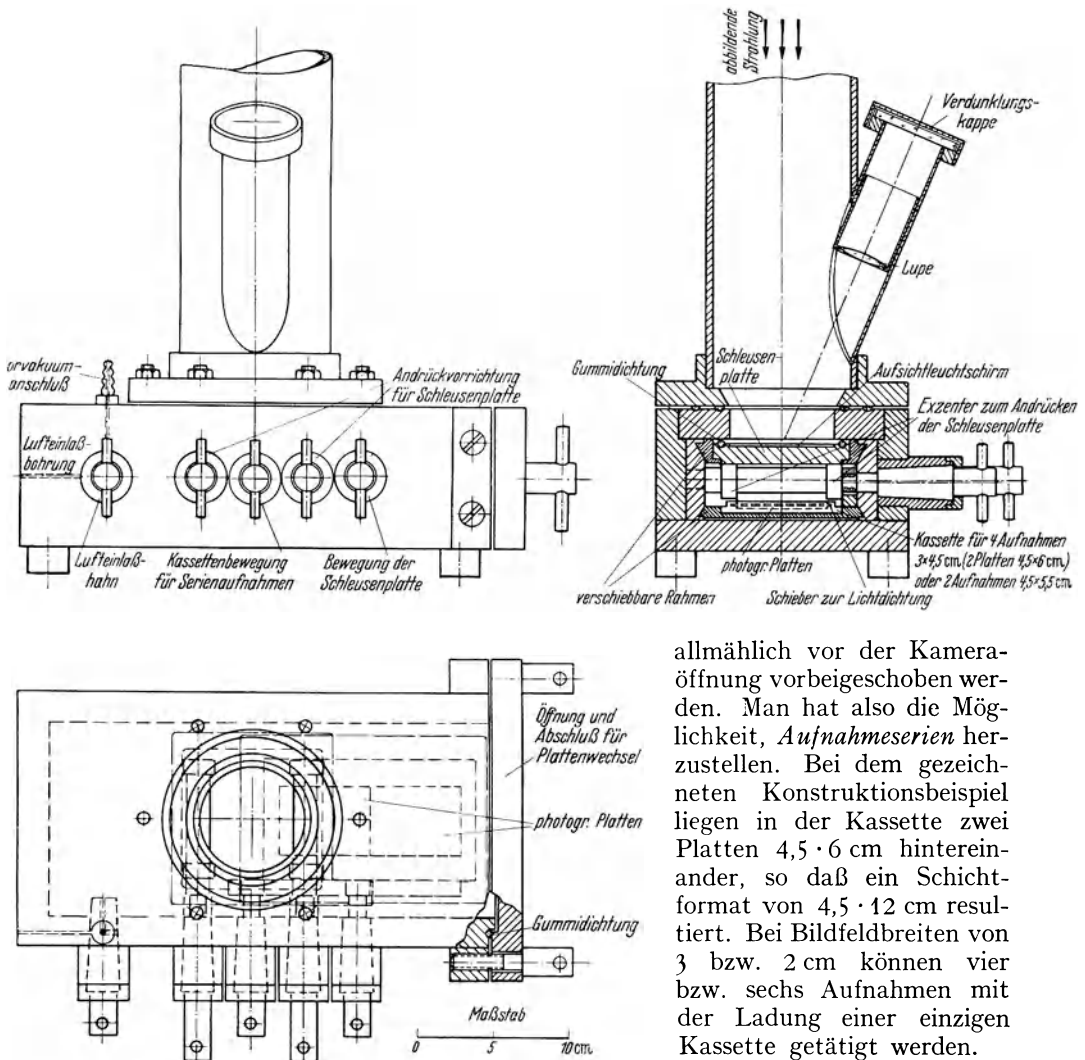


Abb. 127. Plattenkamera für Serienaufnahmen mit Vakuumschleuse.

ebenso wie die Wechseinrichtung mit einem Schleusenraum aufweist, zeigt Abb. 128. Gegenüber der zuletzt besprochenen Plattenkamera ist die Bedienung wesentlich vereinfacht. Ein einziger Antrieb bewirkt die Verschiebung des Kassettenschlittens und schließlich den Andruck der an dem einen Ende des Kassettenschlittens angeordneten und mit einer Gummidichtung versehenen Abschlußplatte des Schleusenraumes. Ein Vakuumschliff mit seiner oft unbequemen Fettung ist beim Antrieb vermieden.

allmählich vor der Kameraöffnung vorbeigeschoben werden. Man hat also die Möglichkeit, *Aufnahmeserien* herzustellen. Bei dem gezeichneten Konstruktionsbeispiel liegen in der Kassette zwei Platten  $4,5 \cdot 6$  cm hintereinander, so daß ein Schichtformat von  $4,5 \cdot 12$  cm resultiert. Bei Bildfeldbreiten von 3 bzw. 2 cm können vier bzw. sechs Aufnahmen mit der Ladung einer einzigen Kassette getätigt werden.

Die Konstruktion einer weiteren Plattenschleuse, die

Die Bewegung des Kassettenschlittens wird durch zwei Spindeln mit mehrgängigem Gewinde bewirkt, die ihrerseits über eine Zahnradkette von der *Vakuumkurbel*

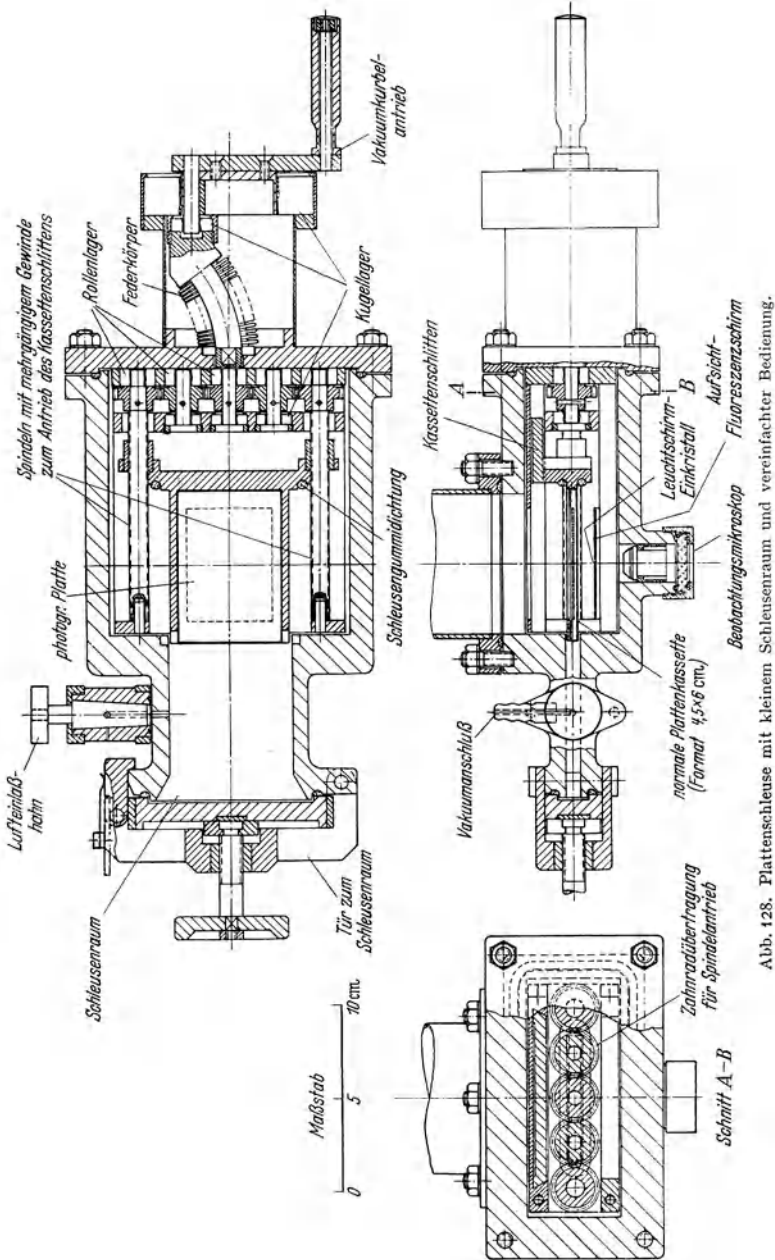


Abb. 128. Plattenschleuse mit kleinem Schleusenraum und vereinfachter Bedienung.

angetrieben werden. Die Plattenschleuse arbeitet mit einer  $4\frac{1}{2} \cdot 6$  cm-Platte, die in eine normale Photokassette eingelegt wird. Nach Öffnung der Tür zum Schleusenraum wird die Photokassette in den ganz nach links gedrehten Kassettenschlitten eingesetzt und der Kassettenschieber herausgezogen. Anschließend

wird die Schleusentür geschlossen, der Schleusenraum vorevakuuiert und schließlich der Kassettenschlitten in den eigentlichen Kamerarum befördert. Solange er sich noch im Schleusenraum befindet, liegt der Fluoreszenzschirm frei und kann durch einen Einblick in Aufsicht oder über das angedeutete Mikroskopobjektiv in Durchsicht beobachtet werden. Die Lichtdichtung gegen den Außenraum kann entweder durch sorgfältige, passende Ausführung des Plattenrahmens oder durch Aufkleben entsprechender Plüschdichtungstreifen oder schließlich durch Lichtdichtungsleisten bewirkt werden. Bei dem benutzten Plattenformat kann wahlweise eine Aufnahme  $4\frac{1}{2} \cdot 6$  cm oder bei Anwendung einer entsprechenden Abdeckungsschablone eine Reihe von Aufnahmen mit entsprechend herabgesetztem Bildformat vorgenommen werden.

Die *Evakuierungszeit* der zweiten besprochenen Plattenkamera mit ihrem verhältnismäßig großen Schleusenraum beträgt etwa 3 bis 5 min. Für die Wechseleinrichtung mit einem Schleusenhahn und die zuletzt besprochene Plattenschleuse ist dagegen die Evakuierungszeit auf etwa 1 min verringert.

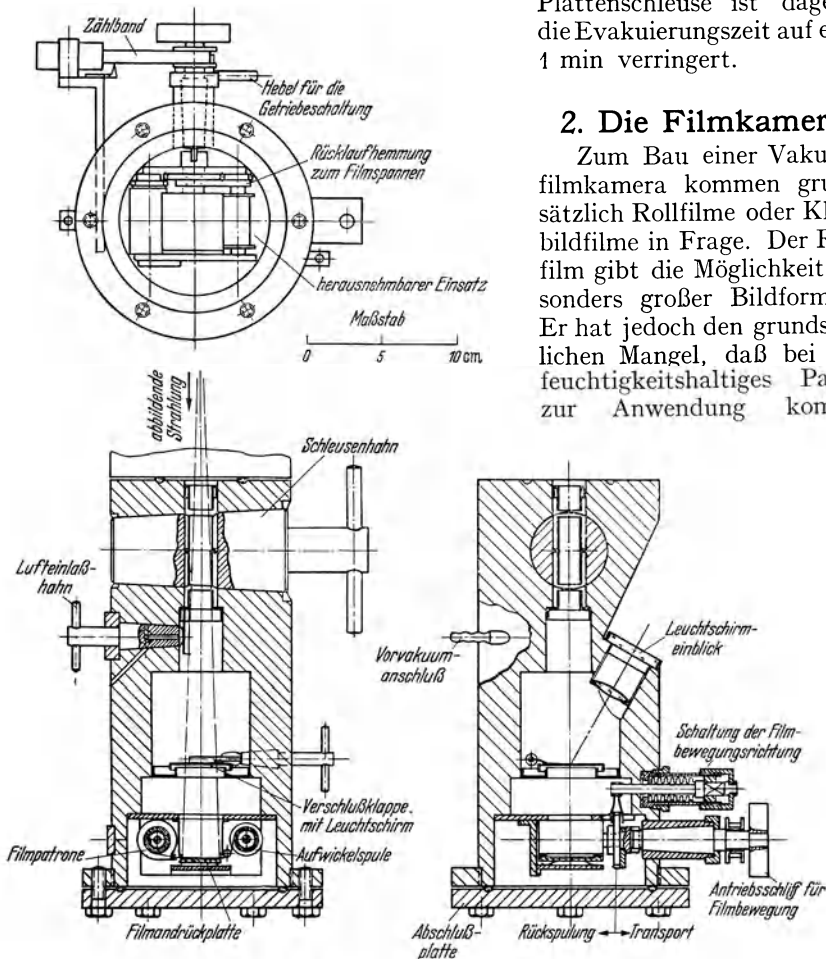


Abb. 129. Kleinbildfilm-Vakuumkamera.

## 2. Die Filmkamera.

Zum Bau einer Vakuumfilmkamera kommen grundsätzlich Rollfilme oder Kleinbildfilme in Frage. Der Rollfilm gibt die Möglichkeit besonders großer Bildformate. Er hat jedoch den grundsätzlichen Mangel, daß bei ihm feuchtigkeitshaltiges Papier zur Anwendung kommt,

dessen Trocknung und Evakuierung die Pumpzeiten auf etwa 1 bis 2 h erhöht. Bei voller Ausnutzung des Auflösungsvermögens photographischer Schichten



gewährleistet ein Bildfelddurchmesser von 24 mm einen ausreichenden Bildinhalt, so daß die Anwendung von Kleinbildfilmen, die ohne Papierträger auskommen, keine kritische Beschränkung der Bildschärfe mit sich bringt.

Die Konstruktion einer *Vakuumkamera für Betrieb mit Kleinbildfilmpatronen* ist in Abb. 129 wiedergegeben. Da der Film durch seine verhältnismäßig große Oberfläche und durch sein Trägermaterial nicht unerhebliche Gasmengen abgibt, hat es keinen Zweck, den Schleusenraum extrem klein zu halten. Es genügt, den Schleusenraum durch einen in den Strahlengang geschalteten Vakuumhahn abzutrennen. Analog wie bei Kleinbildkameras sind für den Filmtransport und für seine Rückspulung zwei Antriebe notwendig. Beide Antriebe erfolgen bei der gezeichneten Konstruktion über ein Zahnradgetriebe durch einen gemeinsamen Vakuumschliff. Das auf der Schliffachse befindliche Zahnrad wird mit Hilfe eines Federkörpers wahlweise in den Transport- oder Rückspulungsmechanismus eingerückt. Die Rücklaufsperrung zum Spannen des Filmes findet automatisch statt und wird beim Einrücken des Transportschliffes mit eingeschaltet. Die jeweilige Aufnahmeummer kann an einem Zählband abgelesen werden. Eine Kleinbildfilmpatrone genügt bei einem Bildfelddurchmesser von 24 mm für 60 Aufnahmen. Die Kleinbildvakuumkamera ist daher besonders dann zu empfehlen, wenn die visuelle Scharfstellung Schwierigkeiten bereitet und eine große Anzahl von Blindaufnahmen bei stufenweise geänderten Scharfstellungsbedingungen getätigt werden soll. Sie hat jedoch den Nachteil, daß bei Einsetzen einer neuen Patrone etwa 30 bis 45 min Pumpzeit in Kauf genommen werden müssen.

## V. Blenden und Bohrvorrichtungen für kleinste Blendlöcher.

Blenden finden sich in den Strahlengängen der Elektronenmikroskope vorgesehen zur *Aperturbegrenzung von Elektronenlinsen, zum Fernhalten der Elektronen von Innenwandungen* und *zum Tragen der Objekte*. Während in der geometrischen Optik fast immer nur Ort und freie Öffnung einer Blende von Bedeutung sind, treten zu diesen beiden Größen in der Übermikroskopie noch die Dicke der Blende und die Qualität der mechanischen Ausführung als für die Abbildungsgüte maßgebende Faktoren hinzu.

### 1. Die Ausführung der Blenden.

Die in der Lichtoptik üblichen Blenden haben in der Regel eine Dicke, die klein ist gegenüber dem Durchmesser der Blendöffnung. Nur sehr selten liegen die Durchmesser der Öffnungen unterhalb einiger Millimeter. Die mechanische Herstellung bereitet bei diesen Abmessungen keinerlei Schwierigkeiten. Völlig andere Verhältnisse bestehen bei den Blenden für Elektronenmikroskope. Bei diesen muß die *Dicke der Blende* mindestens so groß gewählt werden, daß der die Blende durchdringende Strahlungsanteil keine Verschleierung des Photo- oder Fluoreszenzbildes bewirken kann. Aus experimentellen Erfahrungen geht hervor, daß die mindestens erforderliche Blenddicke in der Größenordnung von nur 10% der an Hand von Abb. 20 berechenbaren Eindringtiefe liegen muß, damit keine Schleierstörung eintritt. Daß die erforderliche Dicke nicht den Wert der Eindringtiefe selbst erreicht, erklärt sich daraus, daß schon wesentlich früher die Energieschwächung in der Registrierebene durch seitliches Wegstreuen der Elektronen und durch Absorption ausreichend stark wird. Beim Arbeiten nahe an der Schleiergrenze empfiehlt es sich vor die Aperturblende noch eine zweite Blende mit größerem Durchmesser und größerer Dicke zu setzen, um die

beaufschlagte Blendfläche herabzusetzen. Die unter den jeweiligen Arbeitsverhältnissen notwendige wahre Dicke der Blende läßt sich in einfachster Weise aus den Beziehungen der Abb. 20 unter Einsetzung des Verhältniswertes 10 berechnen. Für 80 kV und Gold als Blendmaterial muß beispielsweise die wahre Dicke der Blende mindestens die Größenordnung  $10^{-2}$  mm haben.

Das *Aussehen der Bohrung in mechanischen Aperturblenden* zeigt Abb. 130 schematisch. Bei verschiedenen mechanischen Bohrverfahren ist mit einem ausgeprägten Bohrkrater zu rechnen. Ein Grat am Rande der Bohrung ist besonders bei elektrostatischen Linsen unbedingt zu vermeiden, um Durchschläge und Feldverzerrungen auszuschalten. Deshalb empfiehlt es sich, die Blenden dieser Linsen von beiden Seiten anzusenken oder noch besser mit gratfreien Bohrmethoden herzustellen.

Das *Aussehen der Bohrung in Objektträgerblenden* findet sich schon in Abb. 113 angedeutet. Bei Objektträgern, die zugleich lichtmikroskopische Beobachtung mit großer Apertur zulassen sollen, ist außer der Ansenkung ein Durchmesser der Öffnung notwendig, der etwa die gleiche Größe hat wie die erforderliche wahre Dicke der Blende. Wird auf die Möglichkeit lichtmikroskopischer Beobachtung verzichtet, so sind zum Teil kleinere Durchmesser der Bohrung zweckmäßig und üblich. Mit abnehmendem Durchmesser wird die Lokalisierung des winzigen Gesichtsfeldes der Übermikrope immer leichter. Außerdem nimmt die Gefahr des Zerreißen von Objektträgerfolien stark ab.

Die Abmessungen der Öffnungen von Aperturblenden und Objektträgerblenden liegen in der Größenordnung der Dimensionen von Staubteilchen. Die *Reinigung der Durchtrittsöffnungen* von Staubpartikeln ist daher eine häufig wiederkehrende Aufgabe beim Arbeiten mit Elektronenmikroskopen. Sie geschieht am einfachsten mit Hilfe einer fein ausgezogenen Glassonde unter einem Präpariermikroskop. Da die Glassonde leicht bis auf wenige  $10^{-3}$  mm ausgezogen werden kann, gelingt auf diese Weise die Entfernung kleinster Störpartikel auch in den feinsten Blendöffnungen der Elektronenmikrope.

Von dem erforderlichen Durchmesser der Blendöffnung hängt es ab, ob die Bohrung durch übliche Verfahren der Makromechanik bewirkt werden kann oder ob eigens für die Zwecke der Übermikroskopie entwickelte Methoden zur Anwendung kommen müssen.

## 2. Mechanische Bohrvorrichtungen.

Mit Hilfe der in der Uhrmachertechnik verwendeten Feinbohrer (z. B. Zapfenbohrer) lassen sich Löcher und Kanäle bis zu  $5 \cdot 10^{-2}$  mm herstellen.

Ungefähr in der gleichen Größenordnung liegt die Durchmessergränze für Kanäle bei dem Bohrverfahren, das zur Herstellung von Ziehsteinen dient. Bei diesem Vorgehen wird unter gleichzeitiger schneller Rotation feinsten Diamantstaub an die Spitze einer dünnen Borste gebracht und hierdurch allmählich die Bohrung bewirkt. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt darin, daß völlig runde und gratfreie Bohrungen erhalten werden.

Ein anderer Weg zur Gewinnung feiner Kanäle besteht darin, in ein homogenes und rotationssymmetrisches Metallstück mit feinen Bohrern einen Kanal

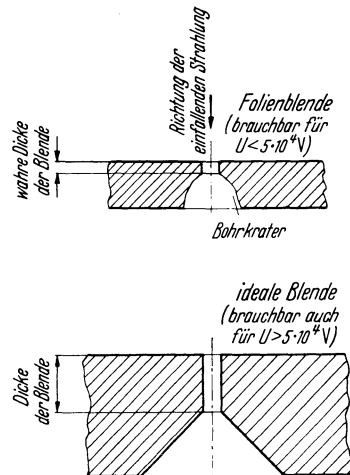


Abb. 130. Ausführung mechanischer Aperturblenden.

zu bohren und dann das Materialstück zu strecken oder zu ziehen. Hierbei ist streng darauf zu achten, daß der Angriff der Kräfte völlig symmetrisch zur Achse des Bohrkanales erfolgt.

Solange die Voltgeschwindigkeiten der Elektronen 50 bis 80 kV nicht überschreiten, genügt es, worauf schon oben hingewiesen wurde, die Löcher in dünne Streifen aus Metall von hohem spezifischem Gewicht zu bohren. Eine Methode und eine Vorrichtung<sup>1</sup> für die Durchführung von Bohrungen bis zu etwa  $5 \cdot 10^{-3}$  mm Durchmesser soll in den folgenden Zeilen ausführlicher beschrieben werden.

Der Grundgedanke der *Methode* besteht darin, daß ein dünner, auf einer völlig ebenen Unterlage liegender Metallstreifen von einer langsam rotierenden,

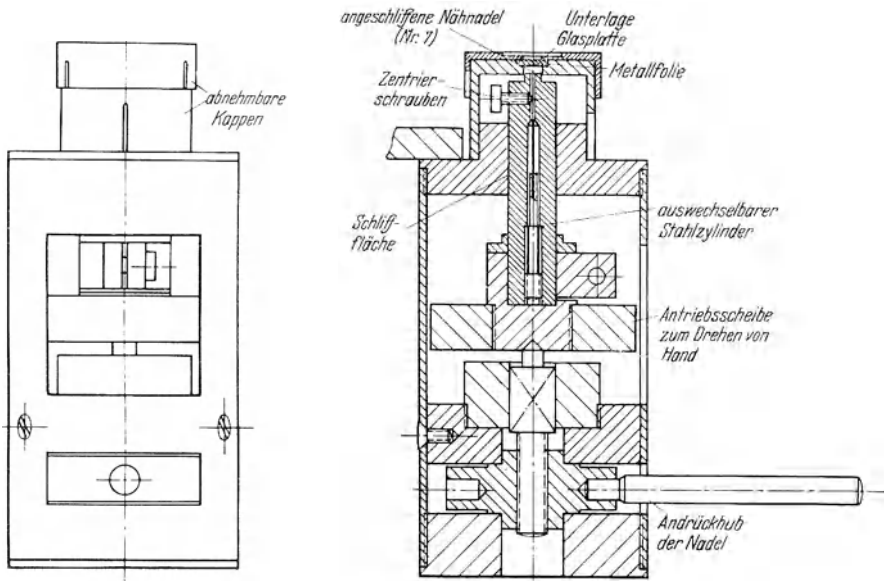


Abb. 131. Konstruktion der Vorrichtung zur Bohrung feinsten Löcher in Metallfolien.

äußerst feinen Stahlspitze durchstoßen wird. Die Stahlspitze kann in vielen Fällen durch die Spitze handelsüblicher Nähnadeln gebildet sein. Je nach der gewünschten Lochgröße wurden Nähnadeln der Größen 7 bis 10 verwendet. Für die Herstellung von Löchern unter  $10^{-2}$  mm empfiehlt es sich, mit Nadeln Nr. 10 zu arbeiten und hier unter einem Mikroskop die besonders rotationssymmetrisch und spitz angeschliffenen Exemplare herauszusuchen oder noch besser sorgfältig angeschliffene Spitzen aus hochwertigstem Stahl zu benutzen.

Werden die Nadeln einfach von Hand gedreht und gegen das auf der Unterlage befindliche Metallblech gedrückt, so fallen die erhaltenen Löcher sehr ungleichmäßig aus, und außerdem bereitet die Zentrierung der Löcher Schwierigkeiten. Aus diesem Grunde wurde eine spezielle Vorrichtung entwickelt.

Die *Konstruktion der Vorrichtung* ist in der Zeichnung Abb. 131 wiedergegeben. Die als Bohrer dienende Nadel ist hier mit Hilfe einer Spannvorrichtung in einen drehbar gelagerten Stahlzylinder eingesetzt. Die Lagerung dieses Zylinders, der von Hand mit Hilfe einer Antriebsscheibe während des Bohrvorganges

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v. u. H. REIBEDANZ: Über eine Vorrichtung zum Bohren feinsten Löcher in Metallfolien. Z. Instrumentenkde. Bd. 60 (1940) Heft 1 S. 22.

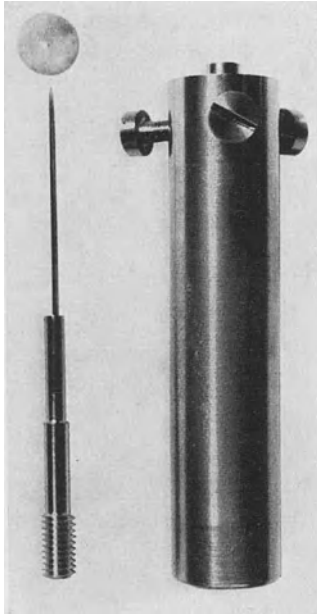


Abb. 132. Bohrnadel mit Spannvorrichtung, Stahlzylinder und ausgestanzter Blechscheibe.

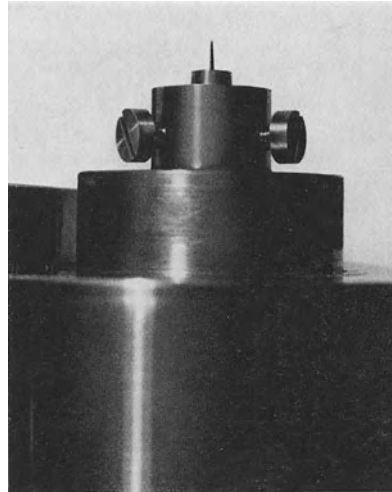


Abb. 133. Seitenansicht des in die Vorrichtung eingesetzten Stahlzylinders mit Nadel.

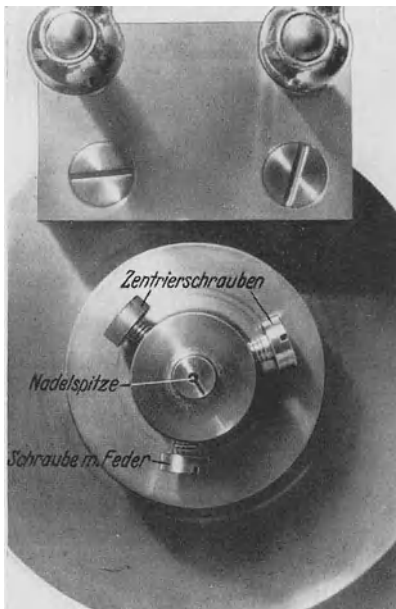


Abb. 134. Die Zentrierung der Nadelspitze im drehbaren Stahlzylinder.

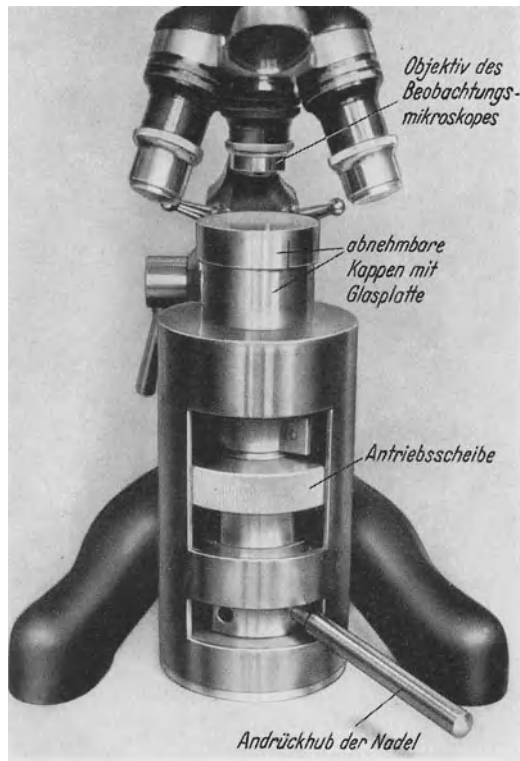


Abb. 135. Blick auf die Bohrvorrichtung mit den verschiedenen Bedienungsriffen.

gedreht wird, ist äußerst präzise. Der Zylinder ist eingeschliffen in ein fast 2 cm breites Lager, das ihm eine gute Führung gibt. Die Nadel mit Spannvorrichtung und der Stahlzylinder sind auf der Photographie Abb. 132 abgebildet. Links oben ist noch eine ausgestanzte Blechscheibe mitphotographiert. Eine Seitenansicht des Zylinders mit Nadel nach Einsetzen in das Lager vermittelt die Photographie

Abb. 133.

Damit der Bohrvorgang völlig definiert erfolgt, muß die Nadel so gut zentriert laufen, daß ihr seitliches Auswandern bei Drehung um  $360^\circ$  eine geringere Amplitude aufweist als der Radius der gewünschten Bohrung. Bei Lochdurchmessern der Größenordnung  $10^{-2}$  mm bedeutet dies, daß die Nadelspitze auf wenige  $10^{-3}$  mm genau laufen muß. Eine Zentrierung dieser Güte wird bei der gezeichneten Vorrichtung dadurch erreicht, daß die Nadelspitze mit Hilfe zweier, auf der Photographie Abb. 134 gekennzeichneten Zentrierschrauben im Stahlzylinder, und zwar unter gleichzeitiger Drehung und gleichzeitiger Beobachtung in einem stark vergrößernden Mikroskop zentriert wird. Die fortschreitende Zentrierung der Nadelspitze wird am besten durch Beobachtung der Bahn der Nadelspitze auf dem Felde eines Netzkulars festgestellt. Besonders schnell gelingt die Zentrierung dann, wenn die Zylinderachse genau mit dem Schnittpunkt eines Fadenzokulars zur Überein-

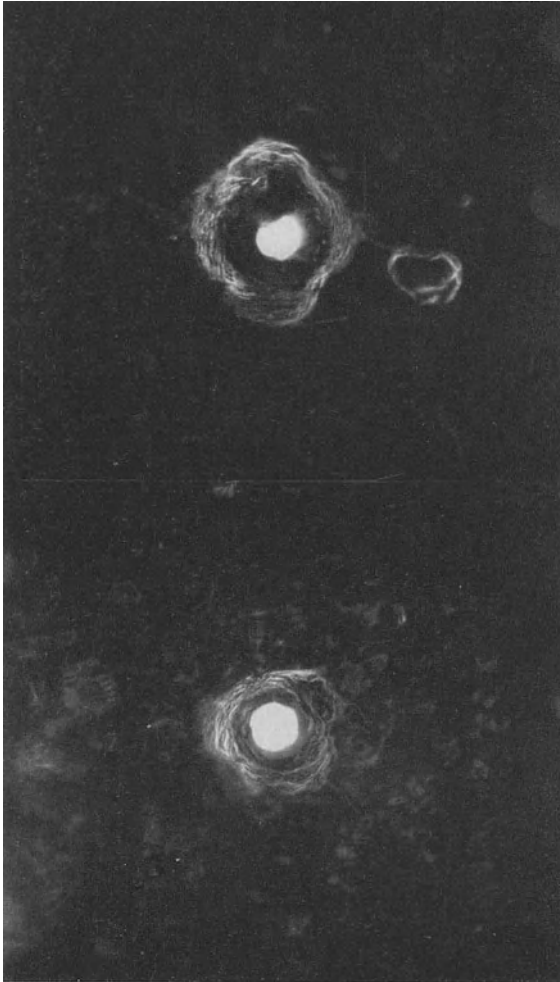


Abb. 136. Mikrophotographie in Durchsicht und Aufsicht von einem  $10^{-2}$  mm-Loch (oben) und einem  $1,5 \cdot 10^{-2}$  mm-Loch (unten).

stimmung gebracht und dann die Auswanderung der Spitze bei Drehung anvisiert wird.

Die erreichbare Zentriergenauigkeit bei der abgebildeten Konstruktion liegt in der Größenordnung 2 bis  $3 \cdot 10^{-3}$  mm. Sollen Löcher unter  $10^{-2}$  mm Durchmesser systematisch hergestellt werden, so empfiehlt es sich, die Konstruktion dahingehend abzuwandeln, daß der Stahlzylinder zweimal in einem Abstand von etwa 5 cm in eingeschliffenen Lagern geführt wird. Durch einfaches seitliches Anleuchten der Nadelspitze wird ihre Lage im Mikroskop gut erkennbar.

Erst wenn eine tadellose Zentrierung erfolgt ist, wird die in zwei abnehmbare Kappen eingesetzte ausgestanzte Metallscheibe mit der Unterlage-Cellonscheibe und der darüberliegenden dünnen Glasplatte über die Nadelspitze gebracht. Die ganze Vorrichtung mit den abnehmbaren Kappen und den Teilen des Beobachtungsmikroskopes zeigt die Photographie Abb. 135.

Entscheidend für die Handhabung der Vorrichtung ist die Tatsache, daß nicht nur die Zentrierung, sondern auch der Bohrvorgang selbst mit einem stark vergrößernden Mikroskop verfolgt werden kann. Die Beobachtung geschieht von oben durch die Unterlageplatten hindurch. Die Beleuchtung wird entweder wieder von der Seite oder mit Hilfe eines Opakilluminators bewirkt. Die eigentliche Bohrung erfolgt unter ständiger Beobachtung der Folienfläche im Mikroskop und unter gleichmäßigem Drehen der Antriebsscheibe durch vorsichtige Bewegung des Andrückhebels der Vorrichtung.

Der Andrückhebel darf dabei nur solange betätigt werden, bis in der Mitte des Gesichtsfeldes eine drehende Bewegung der Nadelspitze bemerkbar wird. Der Andrückhebel ist sofort nach dem Erkennen einer solchen Bewegung zurückzustellen. Damit möglichst hohe Vergrößerungen des Beobachtungsmikroskopes anwendbar sind, empfiehlt es sich, die Unterlageglasplatte nur etwa 0,2 bis 0,3 mm stark zu wählen.

Werden mit passendem Durchmesser ausgestanzte Metallbleche in die Kappeneinheit eingelegt, so sind die erhaltenen Bohrungen tadellos zentriert. Als gut geeignet erwiesen sich Tantalplättchen von 0,1 mm Stärke. Bereits mit der handelsüblichen Nähnadel Nr. 7 sind die in Abb. 136 mikrographierten Löcher von  $10^{-2}$  mm Durchmesser und  $1,5 \cdot 10^{-2}$  mm Durchmesser erhalten worden. Diese Bilder wurden unter gleichzeitiger Beleuchtung in Durchsicht und Aufsicht gewonnen, so daß bei ihnen auch der Bohrkrater in der Folie gut zu erkennen ist. Löcher dieser Art lassen sich mit der beschriebenen Vorrichtung völlig systematisch erzielen. Man möge sich vergegenwärtigen, daß das abgebildete  $10^{-2}$  mm-Loch etwa gerade die Größe eines einzigen Zellkernes besitzt und daß sein Vorhandensein mit bloßem Auge, selbst wenn die Folie gegen die Sonne betrachtet wird, kaum zu erkennen ist. Mit den feinsten Nadeln und bei besonders sorgfältiger Einstellung gelingt es, Löcher bis herab zu  $3 \cdot 10^{-3}$  mm zu bohren. Es erscheint möglich, durch die oben angedeuteten Konstruktionsabwandlungen und durch sorgfältiges Anschleifen, verbunden mit nachträglicher Härtung der Nadel, zu noch kleineren Bohrlöchern systematisch zu gelangen. Bei Dunkelfeldbetrieb, sowie bei Untersuchung dickerer Objektschichten, wo die abbildende Strahlung die ganze Öffnung der Objektivblende beaufschlagt, kommt es besonders darauf an, die Blendränder hervorragend sauber zu halten. Die Reinigung auch der feinsten ( $3 \mu$ ) Objektivblenden für Dunkelfeld erfolgt bei den Arbeiten des Verfassers dadurch, daß die durchbohrten Tantalstreifen in reine Chromschwefelsäure gebracht und anschließend in destilliertem Wasser gespült werden. Nach dem Trocknen werden die Streifen mit Hilfe einer Pinzette vorsichtig in den Blendhalter (Blendzunge) eingesetzt. Die wahre Dicke der mit der beschriebenen Einrichtung hergestellten Blenden reicht für Voltgeschwindigkeiten der Elektronen über etwa 100 kV nicht mehr aus. Beträgt die erforderliche Blenddicke, wie beispielsweise bei 300 kV Anodenspannung und Tantal als Blendmaterial etwa 0,2 mm und liegt der erforderliche Blendendurchmesser in der Größenordnung einiger  $10^{-3}$  mm, so nimmt die Bohrung das Aussehen eines langgestreckten äußerst feinen Kanals an. Zur Herstellung solcher Blendkanäle mußten andere Verfahren erdacht werden, über die in den folgenden Abschnitten berichtet werden soll.

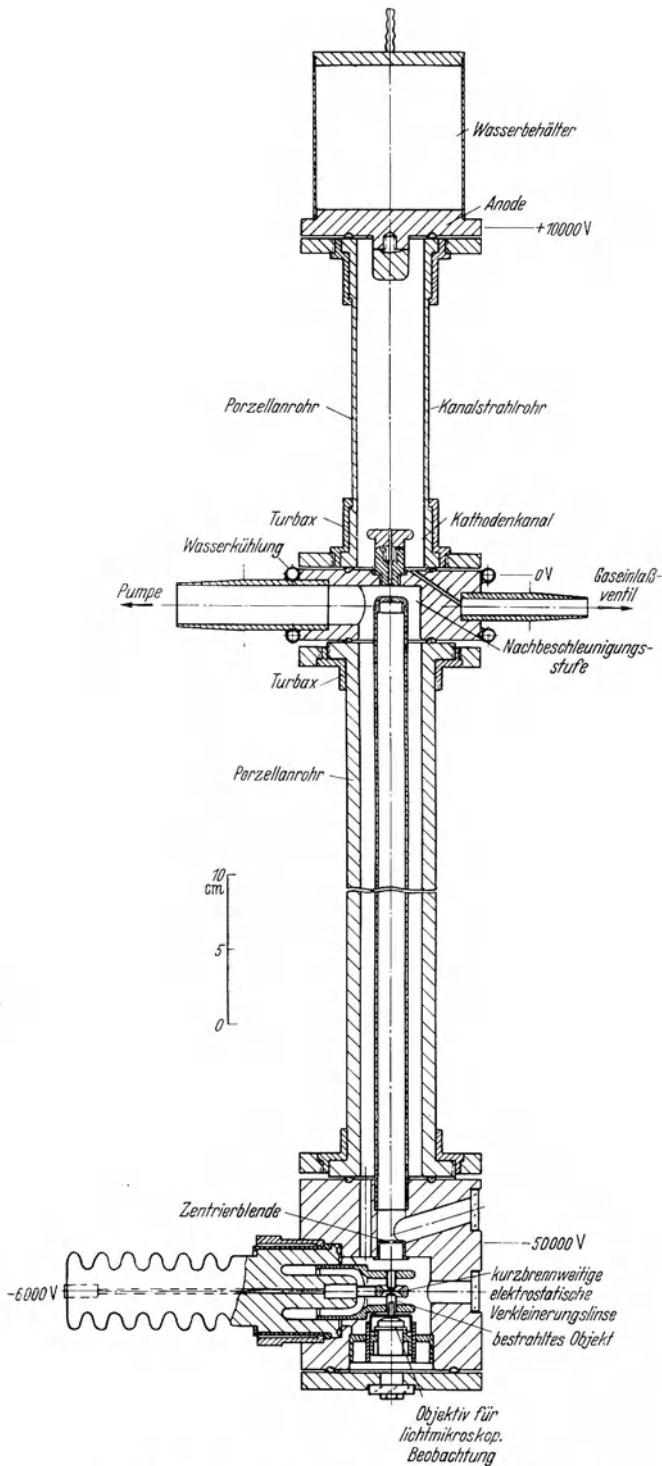


Abb. 137. Einfache Anordnung zur Herstellung der Ionensonde.

### 3. Die Ionensonde als Bohrvorrichtung.

Durch die Entwicklung kurzbrennweitiger, elektrostatischer Hochspannungslinsen ist es möglich geworden, eine *Ionensonde großer Schärfe*<sup>1</sup> auf ähnlichen Wegen herzustellen, wie sie zur Erzeugung feiner Elektronensonden eingeschlagen und in verschiedenen Teilen dieses Buches ausführlich besprochen worden sind. Treffen stark beschleunigte Ionen auf Metalloberflächen, so tritt bekanntlich eine atomare Verdampfung ein, die je aufprallendes Ion um so stärker wird, je größer Voltgeschwindigkeit und Atomgewicht des Ions und je größer das Atomgewicht des beaufschlagten Metalles ist<sup>2</sup>.

Auf dem angedeuteten Wege gelingt es nun in einer durch Bemessung des optischen Systemes leicht extrem klein zu haltenden Fläche so große Ionendichten bei hoher Voltgeschwindigkeit zu erzielen, daß z. B. in Gold schon nach wenigen Minuten Schichten von  $10^{-2}$  mm Dicke abgetragen werden sollten. Die Ionensonde eröffnet daher die Möglichkeit auf nicht-mechanischem Wege Blendkanäle mit Durchmessern bis herab zu  $10^{-3}$  mm und darunter zu bohren. Auch ihrer Anwendung zur Herstellung von Filtern und Ultrafiltern

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über eine Ionensonde großer Schärfe. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 12 S. 344.

<sup>2</sup> Vgl. R. SEELIGER u. G. MIERDEL: Selbständige Entladungen in Gasen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 13/III, Abschnitt Kathodenzerstäubung, S. 400.

bekannter und gleichbleibender Porenweite<sup>1</sup> stehen somit, worauf in diesem Zusammenhang beiläufig hingewiesen werden soll, grundsätzliche Schwierigkeiten nicht mehr entgegen.

Eine einfache Anordnung zur Herstellung einer Ionensonde, die zur ersten Orientierung über die Eigenschaften der Ionensonde gebaut worden war, ist in Abb. 137 gezeichnet. Eine Außenansicht der gleichen, mit einer einzigen ionenoptischen Verkleinerungsstufe arbeitenden Apparatur vermittelt Abb. 138. Den Hauptbestandteil des Strahlerzeugungssystemes bildet ein *Kanalstrahlrohr*

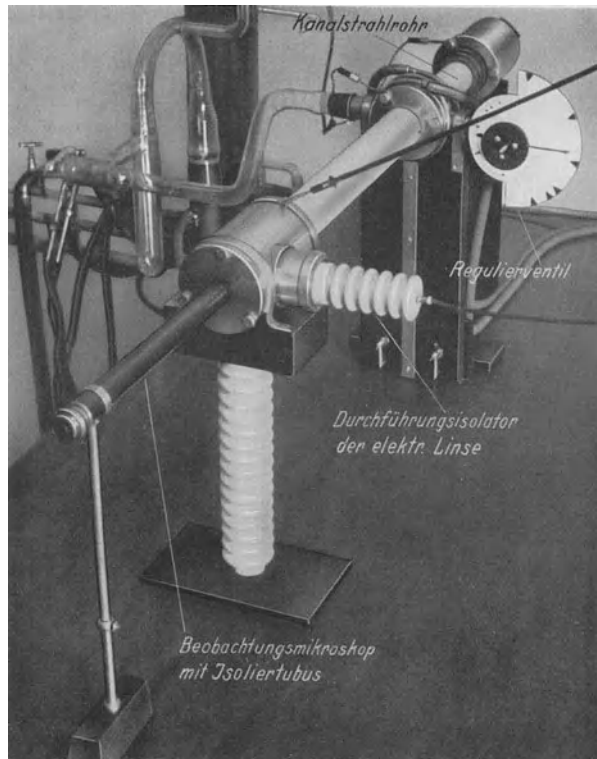


Abb. 138. Ansicht der Anlage zur Bohrung feiner Kanäle mit Hilfe der Ionensonde.

üblicher Bauart, dessen beide Elektroden bei der abgebildeten Anlage Wasserkühlung besitzen. Die den Kathodenkanal durchfliegenden Ionen gelangen in ein starkes *Nachbeschleunigungsfeld* und werden durch dieses weiter gebündelt. Der an der Austrittsöffnung des Kathodenkanales liegende kleinste Kanalstrahlquerschnitt wird durch eine in 60 cm Entfernung angeordnete, kurzbreitweitige *elektrostatische Hochspannungslinse* etwa im Verhältnis 1 : 200 verkleinert zunächst auf einen Leuchtschirm und dann auf der in gleicher Ebene eingerückten zu bestrahlenden Blendplatte abgebildet. Der Leuchtschirm kann von der Rückseite lichtmikroskopisch beobachtet werden. Die Evakuierung der ganzen Anlage erfolgt durch eine kräftige Diffusionspumpe. Der Kathodenkanal ist als Strömungswiderstand ausgebildet, so daß bei entsprechender Einregulierung des mit dem Kanalstrahlrohr in Verbindung stehenden Gaseinlaßventiles im

<sup>1</sup> DRP. ang. S. 130903 IVb/12d vom 30. 4. 1938. Erfinder M. v. ARDENNE, B. v. BORRIES und H. RUSKA.



Raum des Kanalstrahlrohres jener Gasdruck herbeigeführt werden kann, der das kräftigste Kanalstrahlbündel ergibt. In diesen Teilen folgt die Bauweise der Anlage ganz den klassischen Methoden<sup>1</sup>. Da in elektrostatischen Linsen die Teilchen unabhängig von ihrer Ladung oder Masse nur in Abhängigkeit von ihrer Voltgeschwindigkeit fokussiert werden, ist auch die Anwendung von Luft als Füllgas des Kanalstrahlrohres möglich. Die Wirkung der nichtfokussierten neutralen Teilchen kann für den beabsichtigten Bohrprozeß vernachlässigt werden, weil sie sich auf sehr viel größere Objektflächen verteilt. Durch Einschaltung eines Ablenkfeldes (leichte Abknickung des Strahlenganges hinter dem Kanalstrahlrohr) lassen sich die neutralen Teilchen überdies leicht von der Linsenöffnung fernhalten.

Für Sondenschärfen unter etwa  $5 \cdot 10^{-3}$  mm kann, wie im folgenden Absatz gezeigt werden wird, die besprochene einfache Anordnung nicht mehr genügen. Es wird dann notwendig, zu *Anordnungen mit zwei Verkleinerungsstufen* überzugehen und speziell zur Erzeugung homogener Kanalstrahlen entwickelte moderne Ionenquellen zu benutzen. Eine sehr geeignete Ionenquelle, die sich auch in einer weiter unten gebrachten Abbildung (Abb. 259) angedeutet findet, ist die *Kapillarionenquelle*<sup>2</sup> nach TUVE, DAHL und HAFSTAD. Dieses moderne Kanalstrahlerzeugungssystem strahlt einen kräftigen Ionenstrom (Größenordnung einige  $10^{-4}$  A) von einem kleinen Anfangsquerschnitt aus (Durchmesser 1 mm) und unter einem kleinen Aperturwinkel (Größenordnung  $5 \cdot 10^{-2}$ ) in Richtung der optischen Achse, wobei die Streuung der Anfangsgeschwindigkeiten der Teilchen in der Größenordnung von unter 50 V liegt. Die Streuung der Endgeschwindigkeiten läßt sich mit der Kapillarionenquelle auf etwa 1% der Geschwindigkeitsstreuung bei der Anordnung Abb. 137 mit dem Kanalstrahlrohr älterer Bauart senken.

Die Theorie für die Schärfe der Ionensonde entspricht fast vollkommen der gleichen Theorie für die Elektronensonde. Um die jeweils für eine bestimmte gewünschte Schärfe *zulässige Geschwindigkeitsstreuung der Teilchen* zu ermitteln, muß zunächst über das Öffnungsfehlergesetz der benutzten elektrischen Linse die der gleichen Sondenschärfe zugeordnete Öffnung der Aperturblende bestimmt werden. Der Durchmesser dieser Aperturblende darf beispielsweise für eine elektrische Linse mit den Daten  $f=3$  mm und  $k=3$  nach Abb. 36 nicht größer als 0,2 mm werden, wenn eine Schärfe von  $5 \cdot 10^{-3}$  mm erstrebt wird. Damit in dem gleichen Beispiel der chromatische Fehler den Wert  $5 \cdot 10^{-3}$  mm nicht übersteigt, muß nach den Beziehungen der Abb. 39 die Geschwindigkeitsstreuung der Ionen unter 10% liegen (unter Berücksichtigung eines Faktors 2, um den die elektrische Linse in dieser Hinsicht günstiger als die magnetische Linse ist). Bei der beschriebenen einfachen Anlage wird dieser Bedingung dadurch genügt, daß im Kanalstrahlrohr selbst nur eine Anodenspannung von etwa  $10^4$  V vorgesehen ist und  $5 \cdot 10^4$  V in der Nachbeschleunigungsstufe angelegt werden.

Neben dem Öffnungs- und dem chromatischen Fehler haben die übrigen Abbildungsfehler keine Bedeutung, solange die Schärfe der Ionensonde nur einige  $10^{-3}$  mm zu betragen braucht.

Die bei günstigster Wahl der geometrischen Abbildungsmaßstäbe erreichbare Stromstärke der Ionensonde berechnet sich nach der folgenden (schon bei der Theorie der Elektronensonde benutzten) Formel:

$$I_n = \left( \frac{A_n}{A_0} \right)^2 \cdot V^2 \cdot I_0.$$

<sup>1</sup> WIEN, W.: Kanalstrahlen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 14, S. 559. 1927.

<sup>2</sup> Vgl. z. B. F. ENGELMANN: Über die Lichtenregung durch homogene Kanalstrahlen von niedriger Geschwindigkeit. Z. Phys. Bd. 113 (1939) Heft 7/8 S. 462. — Eine Ionenquelle mit ähnlichen Eigenschaften, jedoch primitiverer Bauweise findet sich in einem Referat (Z. Electronics 1938 Heft 6 S. 13) über eine Arbeit von E. IVES.

Hierin bedeutet:

$A_0$  Anfangsapertur des Kanalstrahles,

$A_n$  Apertur der Ionensonde,

$V$  Gesamtverkleinerung,

$I_0$  Anfangsstrom, emittiert in den zu  $A_0$  gehörigen Raumwinkel.

Bei der beschriebenen einfachen Anordnung und dem oben genannten Zahlenbeispiel ergeben sich folgende Zahlenwerte:  $A_0 = 1,2 \cdot 10^{-2}$ ,  $A_n = 3,3 \cdot 10^{-2}$ ,  $V = 5 \cdot 10^{-3}$  und  $J_0 = 1,7 \cdot 10^{-6}$  A. Die nach der Beziehung sich für das Beispiel mit  $5 \cdot 10^{-3}$  mm SONDENSCHÄRFE ergebende Stromstärke  $I_n$  läßt sich also zu etwa  $10^{-10}$  A abschätzen. Für die Kapillarionenquelle mit ihren oben genannten Daten dürfte die Sondenstromstärke etwa eine Größenordnung höher liegen. Die den genannten Stromwerten zugeordneten Kanalstrahlleistungen betragen für 50 kV Endgeschwindigkeit 5 bis 50 W pro mm<sup>2</sup> Blendoberfläche.

Um die Möglichkeiten der Ionensonde als Bohrvorrichtung abzuschätzen, ist es notwendig, die Größe der atomaren Verdampfung beim Auftreffen stark beschleunigter Ionen zu kennen. Aus der Theorie der Kathodenzerstäubung wissen wir, daß diese Verdampfung um so stärker wird, je größer Voltgeschwindigkeit und Atomgewicht des Ions und je größer das Atomgewicht des beaufschlagten Materials ist<sup>1</sup>. Unter Einsatz von Beziehungen, die der Theorie der Ionensonde und der Theorie der Kathodenzerstäubung entnommen sind, gelangt man (unter Vernachlässigung des durch die neutralen Teilchen möglicherweise bedingten Anteils an der normalen Kathodenzerstäubung sowie sich gegebenenfalls überlagernder chemischer Wirkungen) zu folgender Formel für die Zeitdauer einer Bohrung mit der Ionensonde:

$$T = 1,1 \cdot 10^6 \cdot Ax \cdot \rho \cdot \frac{n}{A} \cdot \frac{1}{U - 500} \left( \frac{A_0}{A_n} \right)^2 \cdot \frac{1}{j_0} \text{ min.}$$

In dieser Gleichung bedeuten:

$Ax$ Schichtdicke in mm	}	des bestrahlten Materials
$\rho$ Dichte		
$n$ Wertigkeit		
$A$ Atomgewicht		
$U$ Endgeschwindigkeit in Volt		
$j_0$ Stromdichte im Anfangsquerschnitt in mA/mm.		

Für Gold als bestrahltes Material (Dichte 19,2; Wertigkeit 2; Atomgewicht 197) und die übrigen Zahlenwerte des oben für die einfache Ionensonde gegebenen Beispiele folgt eine Bohrzeit von 30 min pro 0,1 mm Schichtdicke. Die Größe der experimentell gefundenen Materialabtragung steht in leidlicher Übereinstimmung mit den nach vorstehender Beziehung berechneten Werten. Leider haben Schwierigkeiten bei der Schärfeneinstellung mit der abgebildeten einfachen Versuchsanlage noch nicht die theoretisch erwarteten sehr feinen Bohrungen entstehen lassen; doch besteht kein Zweifel, daß dieses Bohrverfahren nach weiterer experimenteller Durcharbeitung die gestellten Erwartungen erfüllt. Inzwischen leistet als Aperturblende großer Massendicke und hinreichend kleiner Durchtrittsöffnung das im folgenden Abschnitt beschriebene Bauelement sehr gute Dienste.

#### 4. Die Kreuzspaltblende.

Bei den sehr kleinen Aperturen der Mikroskope wird es möglich die Aperturblende des Objektivs durch die Kreuzungsstelle zweier zueinander senkrechter enger Spalten zu bilden. Die konstruktive Ausführung einer *Mehrfach-Kreuz-*

<sup>1</sup> Vgl. R. SEELIGER u. G. MIERDEL: Selbständige Entladungen in Gasen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 13/III, Abschnitt Kathodenzerstäubung, S. 400.

spaltblende, die sich praktisch gut bewährt hat, ist in Abb. 139 dargestellt. Die Anordnung ist so gewählt, daß die drei vorhandenen Durchtrittsöffnungen

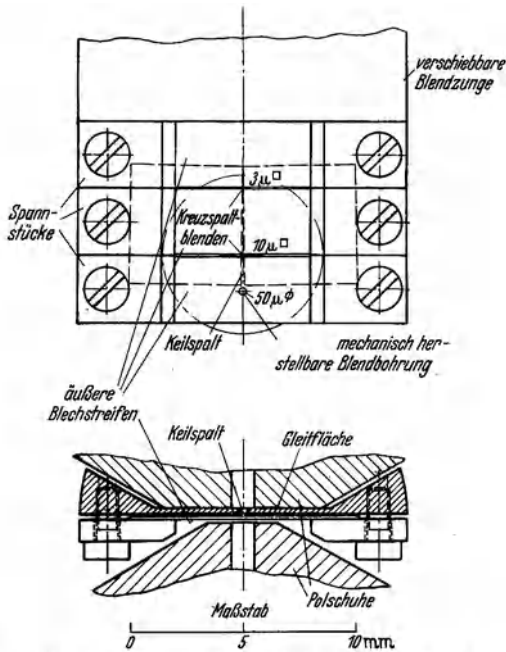


Abb. 139. Ausführung einer Mehrfach-Kreuzspaltblende für Voltgeschwindigkeiten über 100 kV (nach v. ARDENNE).

auf einer Geraden liegen, so daß durch einfachen Vorschub der Blendzunge in Richtung dieser Geraden der Übergang von einer Blendöffnung zur anderen gelingt. Soll dieser Übergang unter Vakuum vorgenommen werden, so empfiehlt es sich, die Vorschub-

einrichtung mit einer hinreichend fein geteilten Skala zu versehen, um auf Grund einer vorausgegangenen Eichung jeweils die zentralen Blendlagen wieder einstellen zu können.

Bei der vorgeschlagenen Konstruktion ist der eine Spalt keilförmig. An seinem einen Ende stoßen die Spaltblenden zusammen, während an dem anderen Ende unter einem geeichten Präpariermikroskop eine Spaltweite von etwa  $1,5 \cdot 10^{-2}$  mm eingestellt wird. Der Keilspalt wird durch den obersten der drei äußeren Blechstreifen mit Hilfe der gezeichneten Spannstücke in der einmal einjustierten Lage festgehalten. Die Breite des obersten äußeren Blechstreifens ist so gewählt, daß seine untere Kante über der Zone des Keilspaltes liegt, wo der Keilspalt gerade die Weite der feinsten gewünschten Blendöffnung besitzt, in dem gezeichneten Beispiel  $3 \cdot 10^{-3}$  mm. Nunmehr wird der zweite äußere Blechstreifen so hingerückt und schließlich mit Hilfe der ihm zugeordneten Spannstücke festgeklemmt, bis der Spalt senkrecht zum Keilspalt die gleiche Weite aufweist. Analog wird mit dem dritten äußeren Blechstreifen verfahren, der gleichzeitig die dritte Blendöffnung, eine normale, wenn auch sehr feine mechanisch gebohrte Öffnung trägt.

Voraussetzung für diese Blendenkonstruktion ist das Vorhandensein von Blechen hinreichender Massendicke, deren Kanten senkrecht zur Blechebene, optisch plan geschliffen und poliert sind. Bei den Arbeiten des Verfassers haben sich 0,1 bis 0,2 mm starke Tantableche gut bewährt, die zum Anschleifen und Polieren zu einem kleinen Paket zusammengefaßt in eine Hilfsvorrichtung eingeschraubt wurden.

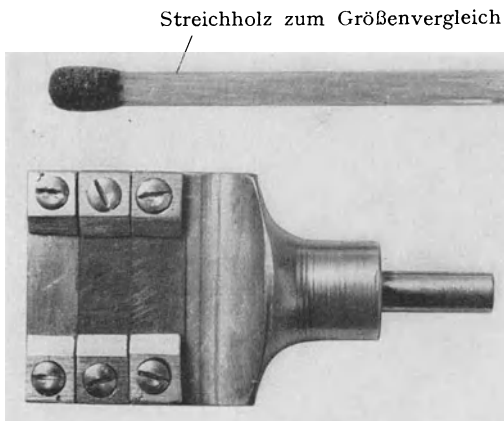


Abb. 140. Ansicht der Mehrfach-Kreuzspaltblende eines magnetischen Polschuhsystemes.

Bei den Arbeiten des Verfassers haben sich 0,1 bis 0,2 mm starke Tantableche gut bewährt, die zum Anschleifen und Polieren zu einem kleinen Paket zusammengefaßt in eine Hilfsvorrichtung eingeschraubt wurden.

Die Photographie einer praktisch ausgeführten Mehrfach-Kreuzspaltblende zeigt Abb. 140. Bei der abgebildeten Blende konnten schon nach sehr kurzer Justierzeit Durchtrittsöffnungen von  $3 \cdot 10^{-3}$  mm systematisch herbeigeführt werden. Diese Öffnungen sind so klein, daß selbst wenn die Blende gegen die Sonne gehalten und die Blendöffnung durch eine Lupe anvisiert wird, sie noch unsichtbar bleiben. Erst unter dem Mikroskop und mit starker Vergrößerung gelingt das Erkennen und Einjustieren der Öffnung. Die wirksame Massendicke der abgebildeten Kreuzspaltblende entspricht 0,1 bis 0,2 mm Tantal und ist für die höchsten Voltgeschwindigkeiten der Übermikroskopie ausreichend. Daß der Schwerpunkt der Blende in den beiden Hauptrichtungen um etwa  $\frac{1}{10}$  mm voneinander verschieden ist und ferner, daß der Querschnitt der Blende quadratisch ist, hat auf die Güte der elektronenmikroskopischen Abbildung keinen merklichen Einfluß.

Die in den letzten Kapiteln beschriebenen Wege ermöglichen die Herstellung von Blenden mit  $10^{-3}$  bis  $10^{-2}$  mm Durchmesser bei großer wahrer Massendicke der Blende und bringen damit die praktische Lösung einer der wichtigsten Aufgaben der neueren Elektronenmikroskopentwicklung.

### 5. Mikroskopische Hilfseinrichtung zur Zentrierung der Blenden.

Nach der Theorie des chromatischen Auslenkfehlers muß bei einer reellen Aperturblende des Objektivs die Abweichung der Blendmitte von der optischen Achse kleiner sein als der Radius der Blendöffnung, damit der Auslenkfehler hinter dem einfachen chromatischen Fehler zurücktritt. Auch im Hinblick auf Astigmatismus und Koma sollte dieser Bedingung genügt sein. Bei den kleinen Blendendurchmessern, die in den vorausgegangenen Abschnitten genannt sind, bedeutet die Erfüllung dieser Forderung *Zentriergenauigkeiten der Größenordnung weniger  $10^{-3}$  mm*. Eine Zentrierung dieser Güte verlangt, daß die Bohrungen der Linsenelektroden mit gleicher Genauigkeit rotationssymmetrisch hergestellt sind, daß zwischen Linsenelektroden und Blende eine äußerst fein einstellbare relative Verschiebung in zwei Koordinaten möglich ist und daß geeignete Hilfsmethoden zur Kontrolle der Zentrierung zur Verfügung stehen.

Eine aus Polarisationsmikroskopteilen (LEITZ-PANPHOT) zusammengesetzte *Zentriereinrichtung* ist in Abb. 141 abgebildet. Das elektronenoptische Objektiv, dessen Aperturblende zentriert werden soll, ist in einen Linsenhalter eingesetzt. Dieser besitzt eine Horizontalverschiebung in zwei zueinander senkrechten Richtungen und ist auf dem Kugellagerdrehtisch befestigt. Das Mikroskop selbst hat eine zentrierbare Objektivfassung.

Die *Zentrierung* mit Netzkular erfolgt in der Weise, daß zunächst der Rand der Polschuhbohrung durch Horizontalverstellung und Einstellung des Tubusauszuges als eingeschriebener Kreis eines Netzlinsenquadrates zentrisch eingestellt wird (Aufsichtsbeleuchtung!). Tritt beim Rotieren des Drehtisches ein Auswandern des eingestellten Randes aus dieser zentrischen Lage ein, so wird unter Zuhilfenahme der Mikroskopobjektivzentrierung die Drehtischachse mit der optischen Achse zur Übereinstimmung gebracht. Hierzu wird jene Winkel-lage des Drehtisches herbeigeführt, bei der die größte Auswanderung besteht. Anschließend wird die Hälfte der Auswanderung in Richtung auf die Gesichtsfeldmitte durch Horizontalverstellung und die andere Hälfte durch Betätigung der Objektivzentrierung ausgeglichen. Nach dieser Justierung wird die Aperturblende des Elektronenobjektivs scharf eingestellt und die Bohrung mit Hilfe der Blendenzentrierschrauben in die Netzfeldmitte gebracht. Bei elektrischen Linsen, bei denen die Außenelektroden gegenüber einer festen

Aperturblende verschoben werden, muß zunächst die Blende zur Drehachse justiert und dann die Bohrung der Außenelektrode nach Scharfstellung in die Mittellage gebracht werden.

Die mit dem geschilderten Verfahren erreichbare Zentriergenauigkeit liegt bei 1 mm Bohrungsdurchmesser der Linsen in der Größenordnung weniger

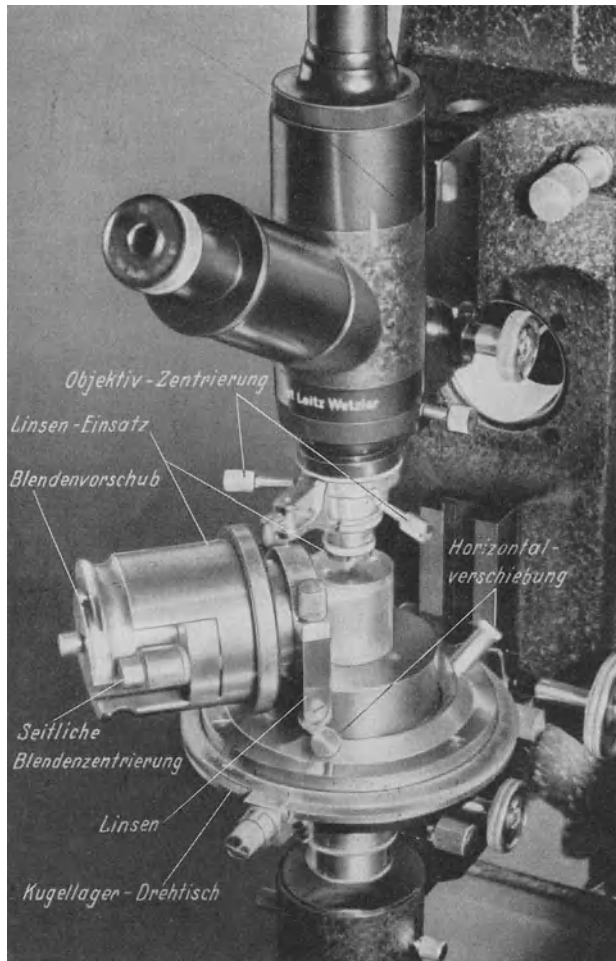


Abb. 141. Lichtmikroskopische Hilfseinrichtung zur Blendenzentrierung (mit Polschuheinsatz des Universal-Elektronenmikroskopes).

$10^{-3}$  mm. Trotzdem dient sie bei dem unten besprochenen Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers nur zur Vorzentrierung. Die genaue Zentrierung der Objektivblende erfolgt hier am laufenden Instrument unter Ausnutzung seiner hohen Vergrößerung durch Einstellung solcher Blendlagen, die bei Veränderung der Objektivbrennweite ein möglichst geringes Auswandern von Objektpunkten im Endbilde ergeben.

Die beschriebene lichtmikroskopische Hilfseinrichtung eignet sich vorzüglich dazu, die Rotationssymmetrie der Linsenelektrodenbohrungen zu kontrollieren und leistet daher auch bei Herstellung und Prüfung der Objektive wertvolle Dienste.

# G. Die Vakuumtechnik der Elektronenmikroskope.

## I. Das erforderliche Vakuum.

Bei der Konstruktion von Elektronenmikroskopen ist anzustreben, daß das Instrument möglichst kurz nach der Einschaltung betriebsfähig ist. Die Einschaltzeit setzt sich im wesentlichen zusammen aus der Anlaufzeit der Pumpanlage und der Pumpzeit, die notwendig ist, um die erforderliche Entgasung zu erreichen.

Bei den Verhältnissen des Elektronenmikroskops tritt eine Störung des Strahlenganges erst ein, wenn der Totaldruck im Innern des Endladungsraumes Werte über etwa  $2 \cdot 10^{-3}$  tor annimmt. Die Störungen bestehen bei den relativ hohen Spannungen und geringen Stromdichten nicht in der Neigung zur Fadenstrahlbildung, sondern in zunehmender Aufhellung der dunklen Bildpartien durch Elektronenstreuung im Gas. Im Interesse kontrastreicher Bilder sollte daher im Raum der abbildenden Strahlung stets der Totaldruck kleiner als  $10^{-3}$  tor sein.

Die *erforderliche Entgasung* wird in der Regel nicht durch die zunächst besprochenen Verhältnisse in dem vom Strahlengang erfüllten Raum bestimmt, sondern durch die Verhältnisse bei der Emission der Elektronen und bei Elektrodenanordnungen mit hohen elektrischen Feldstärken (Beschleunigungsstufe des Strahlerzeugungssystems und elektrostatische Linsen). An die Stelle der Anordnung mit Kaltkathode ist bei den modernen Konstruktionen das Strahlerzeugungssystem mit Glühkathode, insbesondere mit hochgeheizter Wolframkathode, getreten. Bei den hohen Spannungen der Elektronenmikroskope sind diese Kathoden äußerst empfindlich gegen mangelhaftes Vakuum. Der Wert der erforderlichen Entgasung hängt dabei weitgehend von der elektronenoptischen Ausgestaltung des Raumes vor der Kathode (Aufteilung und Gestaltung des Beschleunigungsfeldes) und von der Höhe der Gesamtanodenspannung ab. Praktische Erfahrungen mit Wolframhaarnadelkathoden normaler Bauart und einfachen, nur noch aus Wehnelt-Zylinder und Anode gebildeten Beschleunigungssystemen haben gezeigt, daß für Betriebsspannungen bis zu 30 und 40 kV Totaldrucke<sup>1</sup> von etwa  $3 \cdot 10^{-4}$  tor im Kathodenraum eine ausreichende Kathodenlebensdauer sichern. *Bei Anodenspannungen bis zu 80 kV ist ein Totaldruck anzustreben, der in der Größenordnung  $10^{-4}$  tor liegt.* Die gleichen Drucke genügen auch, um ein betriebssicheres Arbeiten mit kurzbrennweitigen elektrostatischen Linsen zu gewährleisten.

Ein sofortiges Unbrauchbarwerden oder eine starke Abnutzung geheizter Kathoden tritt ein, wenn durch irgendwelche *Gasausbrüche* der Druck, sei dies auch nur kurzzeitig, in der Kathodennähe ansteigt. Solche Gasausbrüche entstehen, besonders bei kurzen Pumpzeiten, sehr leicht an den Elektroden des Beschleunigungsfeldes. Um hier die Gefahr von Entladungen herabzusetzen, ist Hochglanzverchromung und gute Abrundung der Elektroden, sowie eine sorgfältige Reinigung der Elektroden von Fettresten (z. B. durch destilliertes

<sup>1</sup> Gemessen mit dem Leybold-Philips-Vakuummesser.

Benzin) vorzunehmen. Ein weiterer Schutz gegen plötzliche Gasausbrüche besteht in der Unterdrückung *vagabundierender Elektronenströmungen* durch wirksame Abschirmung des Kathodensystemes (allseitig geschlossener Wehnelt-Zylinder, Anodenschutzzyylinder). In diesem Zusammenhang sei noch darauf hingewiesen, daß beim Arbeiten in der Nähe der für Kaltmission kritischen Feldstärke (Größenordnung  $10^5$  V/cm) die Wahrscheinlichkeit von *Entladungslawinen* mit fortschreitender Betriebszeit auch bei unverändertem Vakuum abnimmt.

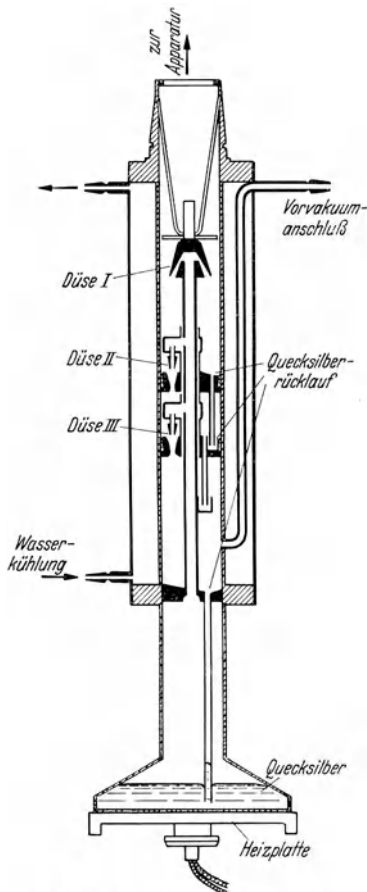


Abb. 142. Schema einer dreistufigen Quecksilberdiffusionspumpe nach GAEDE.

## II. Die Pumpanlage.

Die Pumpanlage hat die Aufgabe, das erforderliche Vakuum in möglichst kurzer Zeit entstehen zu lassen. Bei den Volumina und bei

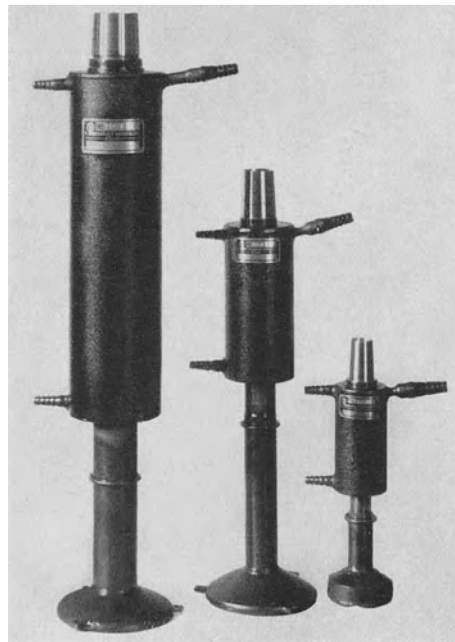


Abb. 143. Quecksilberdiffusionspumpen (Leybold-Modelle E, B, G) für Saugleistungen von 20, 10 und 2 l/s bei  $10^{-4}$  tor.

der Größe der gasenden Oberfläche in Elektronenmikroskopanlagen kommen praktisch in erster Linie Quecksilberdampf- oder Öldiffusionspumpen in Frage. Bei beiden Pumpenarten ist eine *Vorpumpe* notwendig, die das Druckgebiet Atmosphärendruck bis etwa 1 bis 10 tor (Quecksilberpumpe) bzw. bis  $10^{-2}$  tor (Ölpumpe) übernimmt. Als Vorpumpe verwendet man allgemein Ölpumpen nach dem Kapselpumpenprinzip mit Motorantrieb. Gute Vorvakuum-pumpen evakuieren das Gesamtvolumen des Elektronenmikroskopes (Größenordnung 10 bis 20 l) in wenigen Minuten bis auf den für die Diffusionspumpe erforderlichen Betrag. Da die *Anheizzeit der Diffusionspumpen* je nach Größe 15 bis 30 min beträgt, wird die Anlaufzeit der Pumpanlage durch die Vorevakuierung nicht vergrößert.

Das Schema einer dreistufigen *Stahl-Quecksilberdiffusionspumpe* ist in Abb. 142 gebracht. Mit Hilfe eines Gasbrenners oder einer elektrischen Heiz-

platte wird das Quecksilber zum Sieden gebracht. Der Quecksilberdampf tritt mit hoher Geschwindigkeit aus den drei Düsen aus. Die erste Stufe (Düse I) arbeitet ausschließlich als Diffusionspumpe, während die beiden unteren Stufen als Dampfstrahlpumpen wirken<sup>1</sup>. Die einzelnen Stufen sind durch Quecksilber gegeneinander abgedichtet. Durch einen Wasserkühlmantel wird in allen Stufen die Kondensation des Quecksilberdampfes bewirkt. Das kondensierte Quecksilber läuft auf den in der Schemazeichnung angegebenen Wegen in die Heizkammer zurück. Die Außenansichten von drei Quecksilberdiffusionspumpen verschiedener Saugleistung sind in Abb. 143 wiedergegeben.

Da Quecksilberdampf bei Zimmertemperatur einen Druck von etwa  $10^{-3}$  tor aufweist, ist die Einschaltung einer *Kühlfalle* zur Kondensation des schädlichen Dampfes notwendig. Aus der in Abb. 144 wiedergegebenen Tafel über die Dampfdrucke verschiedener wichtiger Stoffe der Hochvakuumtechnik geht hervor, daß bei Quecksilber eine Kühlung von  $-40^{\circ}\text{C}$  erforderlich ist, damit der Partialdruck des Quecksilbers auf  $10^{-6}$  tor sinkt. Tatsächlich ist jedoch eine Kühlung auf mindestens  $-80^{\circ}\text{C}$  notwendig, weil in der Kühlfalle der in der Apparatur in großen Mengen enthaltene Wasserdampf ausfriert und der Dampfdruck des Eises erst unterhalb  $-80^{\circ}\text{C}$ , unter  $10^{-4}$  tor herabgeht. Die Kühlung der Ausfrieretasche wird daher in der Regel mit *flüssiger Luft* ( $-193^{\circ}\text{C}$ ) oder, nur wenn diese nicht zur Verfügung steht, mit einer *Kohlensäureschnee-Spiritusmischung* ( $-80^{\circ}\text{C}$ ) bewirkt.

Bei *Öldiffusionspumpen* tritt an die Stelle des Quecksilbers ein Kohlenwasserstoff von niedrigem Dampfdruck (Apiezonöl A oder B). Die Dampfdrucke dieser Kohlenwasserstoffe betragen gemäß Abb. 144 bei Zimmertemperatur  $10^{-5}$  bzw.  $10^{-7}$  tor. Die Öldiffusionspumpen besitzen jeweils eine einzige Diffusionsstufe. Die Ansicht eines Öldiffusionspumpenaggregates vermittelt Abb. 145. Öldiffusionspumpe und Zwischenvakuumreservoir sind hier in ein Winkeleisengestell eingebaut, das federn aufgehängt und mit dem Elektronenmikroskop konstruktiv vereinigt werden kann.

Ob *Quecksilberdiffusionspumpe* oder *Öldiffusionspumpe* bevorzugt wird, dürfte in erster Linie davon abhängen, ob am Aufstellungsort des Elektronenmikroskopes flüssige Luft oder Kohlensäureschnee zur Verfügung steht. Ist dies nicht der Fall, so besteht der Zwang, eine Öldiffusionspumpenanlage zu benutzen. Die letztere hat jedoch den Nachteil, daß sie sehr empfindlich gegen plötzliche Gaseinbrüche und insbesondere gegen Benzindämpfe ist, die leicht durch den

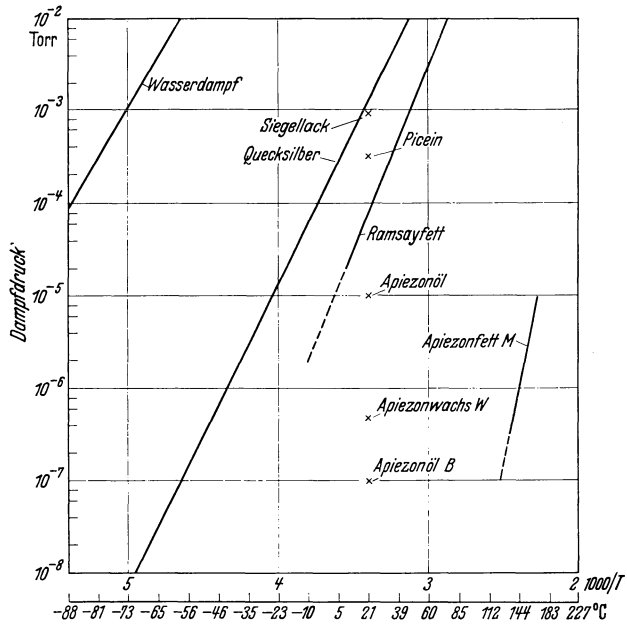


Abb. 144. Tafel der Dampfdrucke verschiedener wichtiger Stoffe.

<sup>1</sup> Einzelheiten über die Physik dieser Vorgänge siehe W. GAEDE: Abschnitt Luftpumpen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 4, Teil 3, S. 413. 1930.



Reinigungsprozeß der Elektroden in die Anlage gelangen. Ist beispielsweise durch eine Fehlbedienung einer der Schleusen oder durch einen anderen Fehler Luft auf das heiße Öl der Diffusionspumpe gelangt, so oxydiert dieses und muß gegen frisches Öl ausgetauscht werden. Quecksilberdiffusionspumpen lassen ein wesentlich robusteres Arbeiten zu. Das stoßweise Sieden des Quecksilbers in diesen Pumpen bringt kleine Erschütterungen der Pumpen hervor, die durch Zwischenschaltung eines Federkörpers von dem eigentlichen Mikroskopteil ferngehalten werden können. Es hat sich jedoch praktisch gezeigt, daß bei denjenigen Objekthalterungen, bei denen Linsensysteme und Objekthalterungen

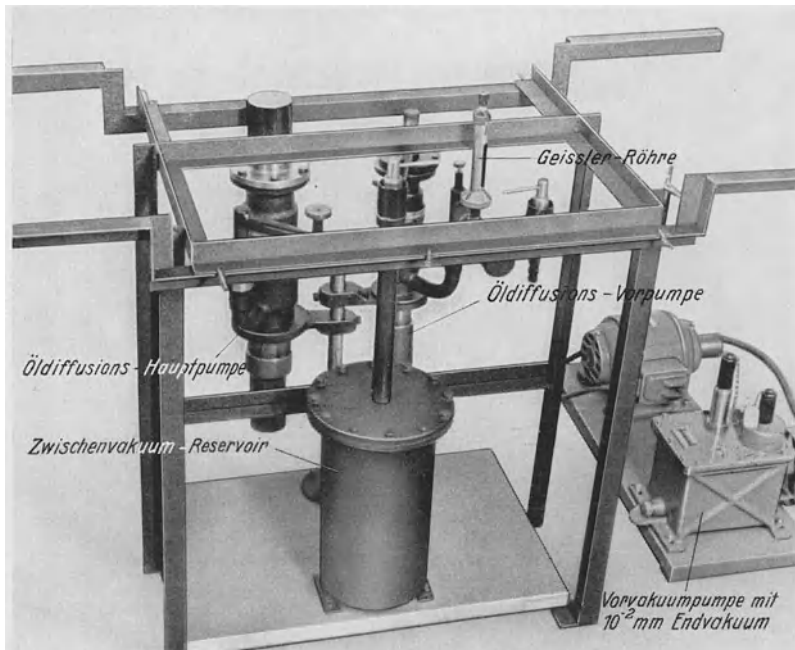


Abb. 145. Ansicht eines Öldiffusionspumpenaggregates.

konstruktiv vereinigt sind, die Schwingungsamplitude infolge der Quecksilberstöße unterhalb des Auflösungsvermögens bleibt, so daß diese Vorsichtsmaßnahme nicht in allen Fällen notwendig ist.

Ein *Schema der gesamten Pumptanlage* des Elektronenmikroskopes ist in Abb. 146 gezeichnet. Als Pumpe ist hier eine Quecksilberdiffusionspumpe angenommen. Die erste Evakuierung des Elektronenmikroskopes geschieht bei der gezeichneten Anlage folgendermaßen:

Nach Querstellung des Lufteinlaßhahnes und Schaltung des Dreiwegehahnes in Richtung auf das Vorvakuumreservoir und nach Längsstellung des Haupthahnes und schließlich nach Abdichtung der Schleusenräume des Elektronenmikroskopes wird die Vorvakuumpumpe in Tätigkeit gesetzt und etwa gleichzeitig die Heizung der Diffusionspumpe eingeschaltet. Anschließend hieran wird die Kühlflüssigkeit an die Ausfrieretasche herangebracht. Zeigt nach einigen Minuten das Vorvakuummanometer gutes Vorvakuum, so muß nunmehr die Anheizzeit der Diffusionspumpe abgewartet werden, ehe mit dem Ablesen des Hochvakuummessers begonnen werden kann. Zeigt das Vorvakuummanometer nach der halben Anheizzeit der Diffusionspumpe noch kein gutes Vorvakuum an, so muß

sofort die Heizung der Diffusionspumpe wieder ausgeschaltet werden, weil in diesem Fall entweder die Apparatur undicht oder die Vorvakuumpumpe fehlerhaft geworden ist. Besitzt das Vorvakuumreservoir einen Inhalt von einigen Litern und zeigt das Vorvakuummanometer gutes Vorvakuum an, so kann nach Abtrennung der Leitung zum Vorvakuumreservoir die Vorvakuumpumpe ausgeschaltet werden. Besitzt die Vorvakuumpumpe kein automatisch wirkendes Rückschlagventil, so muß zwischen dem Zeitpunkt der Abtrennung mit Hilfe des Dreiwegehahnes und dem Zeitpunkt der Ausschaltung der Lufteinlaßbahn geöffnet werden. Zeigt nach mehr oder weniger langer Pumpzeit der Vakuum-

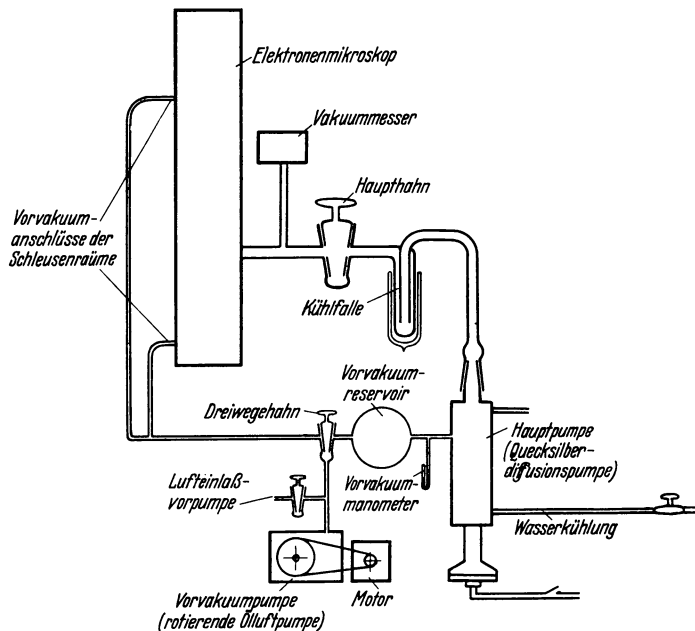


Abb. 146. Die Pumpanlage des Elektronenmikroskopes.

messer die erforderliche Evakuierung an, so ist die Anlage betriebsbereit, und es darf die Kathodenheizung und einige Minuten später die Hochspannung eingeschaltet werden. Soll eine Schleuse betätigt werden, so sind Hochspannung und Kathodenheizung auszuschalten und dann die Schleusen in der früher beschriebenen Weise zu öffnen. Zur Neuevakuierung der Schleusenräume ist die Vorvakuumpumpe in Betrieb zu setzen und der Dreiwegehahn in Richtung auf die Vorvakuumanschlüsse der Schleusenräume umzulegen. Gegebenenfalls empfiehlt es sich, auch in diese Leitung ein Vorvakuumreservoir und ein Manometer einzufügen. Bei plötzlichen Gaseinbrüchen und auch zur Abschaltung der gesamten Anlage ist der Haupthahn vor Ausschaltung der Diffusionspumpe quer zu stellen. Auf diese Weise bleibt das *Mikroskop nach der Abschaltung unter Vakuum* stehen. Hierdurch wird die Anlaufzeit bei erneuter Inbetriebnahme außerordentlich verkürzt und außerdem das Innere des Instrumentes vor Korrosion geschützt und staubfrei erhalten. Auch bleiben die Quecksilberdämpfe, die leicht zu einer Amalgamierung führen können, stets außerhalb des Mikroskopes. Während die Hauptleitung völlig vakuumdicht aus Glas oder Metall ausgeführt sein muß, genügen für die Vorvakuumleitungen Verbindungen aus Gummidruckschläuchen.

Um die Bedienung der Vakuumanlage zu vereinfachen, wird bei zukünftigen Konstruktionen dafür zu sorgen sein, daß die verschiedenen Hähne und die Pumpenschalter gemeinsam gesteuert werden. Bei Verwendung von Metallhähnen oder -ventilen bereitet die Verwirklichung einer *Einknopfbedienung der Pumpanlage* keine prinzipiellen Schwierigkeiten.

Um eine Pumpanlage wirtschaftlich zu dimensionieren, muß die Saugleistung der Pumpe an den möglichst klein zu haltenden resultierenden Strömungswiderstand der Leitung zu den auf gutes Vakuum zu bringenden Räumen angepaßt werden. Zur Berechnung des Strömungswiderstandes von Rohrleitungen ist entscheidend, ob die *freie Weglänge der Gasmoleküle* kleiner oder größer ist als der Rohrdurchmesser. Freie Weglänge ist umgekehrt proportional dem Gasdruck. Bei Atmosphärendruck beträgt die mittlere freie Weglänge in Luft  $3,5 \cdot 10^{-5}$  cm. Entsprechend ergibt sich für eine Evakuierung von  $10^{-4}$  tor eine

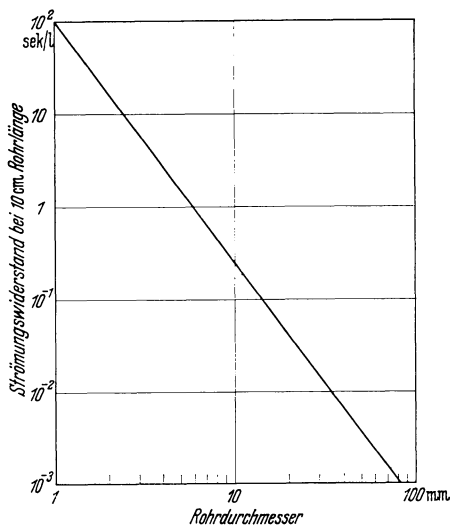


Abb. 147. Der Strömungswiderstand von Pumpleitungen.

$$S = \frac{1}{W + \frac{1}{S_0}}$$

$$W = \frac{L_1}{r_1^3} + \frac{L_2}{r_2^3} + \dots$$

$S_0$  = Saugleistung der Pumpe (l/s),  
 $S$  = effektive Saugleistung am Rezipienten,  
 $W$  = Widerstand der Rohrleitung,  
 $L$  = Länge } des Leitungsstücks (mm).  
 $r$  = Radius }

freie Weglänge von der Größenordnung 2 m. Da die Rohrleitungen nur wenige Zentimeter Durchmesser haben, ist in den Hauptvakuumleitungen der Elektronenmikroskope mit einer stationären Strömung zu rechnen. Für diese gelten die einfachen in Abb. 147 oben angegebenen Beziehungen<sup>1</sup>. Aus ihnen geht hervor, daß eine Erhöhung der effektiven Saugleistung durch Steigerung der Saugleistung der Pumpe praktisch nicht mehr gelingt, wenn der resultierende Widerstand der Rohrleitungen mehr als 10mal so groß ist wie die reziproke Saugleistung der Pumpe. Die gleiche Abbildung bringt auch zahlenmäßige Angaben über die *Größe des Strömungswiderstandes* bei verschiedenem Rohrdurchmesser. An Hand dieser Abbildung kann durch Addition der stückweise in Rechnung zu setzenden Leitungsteile der resultierende Widerstand des Leitungsweges der gesamten Anlage abgeschätzt werden. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, daß Knicke und starke Biegungen der Rohrleitungen, die (wie beispielsweise in der Kühlfalle), sich kaum ganz vermeiden lassen, eine wesentliche Widerstandserhöhung bedingen. Solange Zahlenwerte über die Strömungswiderstände von üblichen Kühlfällen, Hähnen, Rohrbiegungen sowie auch von speziell geformten Kanälen im Innern der Mikroskope fehlen, hat es keinen Zweck, großen Rechenaufwand für die Ermittlung des resultierenden Strömungswiderstandes zu treiben.

<sup>1</sup> Vgl. z. B. das Kapitel „Hochvakuumtechnik“ in M. KNOLL, F. OLLENDORFF u. R. ROMPE: „Gasentladungstabellen“, S. 142. Berlin: Julius Springer 1935.

### III. Vakuummessung und Suche nach Undichtigkeiten.

Während zur *Vorvakuummessung* bei Quecksilberdiffusionspumpen ein kleines, mit Quecksilber gefülltes U-förmiges Manometerrohr genügt, erfordert die gleiche Messung bei Öldiffusionspumpen bereits eine empfindlichere Anzeigemethode. Anzustreben wäre auch hier eine fortlaufende Anzeige, damit stets rechtzeitig zu erkennen ist, wann im Vorvakuumreservoir der Druck so weit zugenommen hat, daß eine erneute Einschaltung der Vorpumpe notwendig wird. In vielen Fällen begnügt man sich jedoch damit, von Zeit zu Zeit mit Hilfe von einer kleinen Geißler-Röhre (bei Betrieb aus einem kleinen Funkeninduktor) die Qualität des Vorvakuums und zuweilen auch des Zwischenvakuums abzuschätzen.

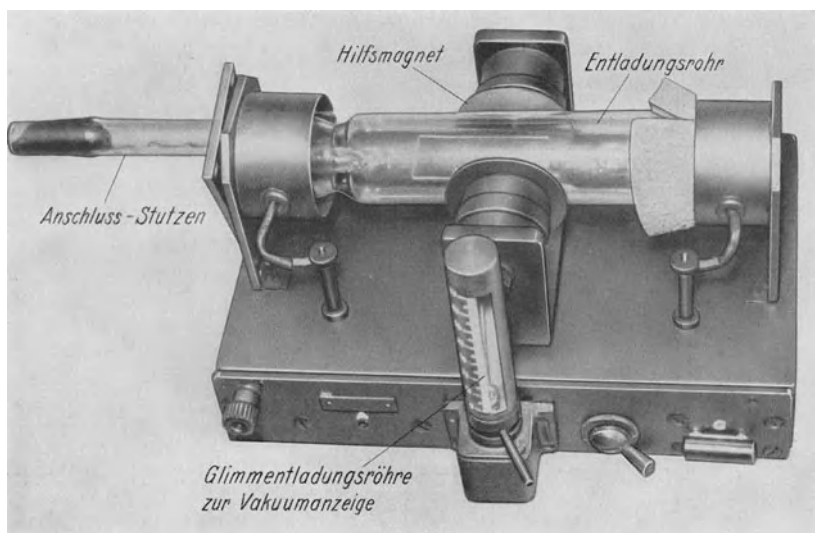


Abb. 148. Innenansicht des Leybold-Philips-Vakuummessers.

Für die *Kontrolle des Hauptvakuums* von Elektronenmikroskopanlagen ist schon im Hinblick auf die Kompliziertheit der Apparatur und auf die zuweilen sehr langen Betriebs- und Aufnahmezeiten eine bequeme und dauernde Anzeige des Vakuumwertes zu fordern. Nur bei ununterbrochener Anzeige werden gelegentlich eintretende Vakuumstörungen so rechtzeitig erkannt, daß die Abtrennung des empfindlichen Kathodenteiles gelingt, ehe eine Kathodenschädigung eintritt. Bei den bisherigen Arbeiten hat sich der Philips-Vakuummesser<sup>1</sup> ausgezeichnet bewährt. Die Innenansicht dieses Instrumentes mit Entladungsrohr, Hilfsmagneten und Glimmrohr zur Strom- (das heißt Vakuum-) Anzeige vermittelt Abb. 148. Die abgebildete Einheit arbeitet nach der Schaltung Abb. 149 in Verbindung mit einem Netzanschlußgerät (2000 V Gleichspannung). Die Messung des Vakuums geschieht über den zwischen den beiden Elektroden des Entladungsrohres fließenden Glimmentladungsstrom. Mit Hilfe des kräftigen permanenten Magneten wird erreicht, daß die Elektronen nicht auf kürzestem Wege im Felde zwischen den Elektroden sich bewegen, sondern auf langen schraubenförmigen Bahnen. Durch diesen Kunstgriff wird die Laufzeit der Elektronen zwischen den Elektroden und damit die Stoß- und

<sup>1</sup> Hersteller E. Leybolds Nachfolger, Köln-Bayental.

Ionisierungswahrscheinlichkeit so stark vergrößert, daß auch bei niedrigen Meßdrucken noch ein merkbarer Entladungsstrom bei einer niedrigen Zündspannung fließt. Die Entladungsstromstärke und damit der Vakuumwert wird aus der Länge der Glimmsäule des außen mit einer Skala versehenen Glimmrohres abgelesen. Das Instrument mißt Totaldrucke zwischen etwa  $10^{-3}$  und  $10^{-5}$  tor. Bereich und Meßgenauigkeit besitzen für die Zwecke der Elektronenmikroskope ausreichende Werte.

Auch bei der *Suche nach Undichtigkeiten* in der Apparatur kann der besprochene Vakuummesser gute Dienste leisten. Doch ist hierbei zu beachten, daß bei ihm unvermeidlich eine — wenn auch geringe — Gasabgabe im Betrieb eintritt, so daß er nur an laufender Pumpe benutzt werden darf. Die Gasabgabe selbst ist so gering, daß auch schon Pumpen kleinster Saugleistung die von ihm abgegebene zusätzliche Gasmenge bewältigen.

Für die Suche nach Undichtigkeiten in Vakuumapparaturen sind zahlreiche Methoden<sup>1</sup> angegeben worden, mit denen unter mehr oder weniger großem Zeit-

verlust der Fehlerort bestimmt werden kann. Als eine der schnellsten Methoden zur Ermittlung des Fehlerortes in betriebsfertig montierten Metallapparaturen hat sich folgendes Verfahren erwiesen.

Das zu untersuchende Teil wird laufend evakuiert und gleichzeitig mit dem besprochenen Vakuummesser dauernd das Vakuum kontrolliert. Sodann werden die verdächtigen Stellen mit Zaponlack oder noch besser mit Pizein abgedichtet. Sobald die undichten Stellen

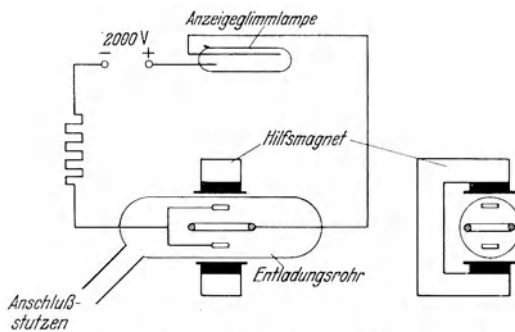


Abb. 149. Schaltschema des Leybold-Philips-Vakuummessers.

Stellen oder eine von mehreren undichten Stellen überstrichen wird, ändert sich die Vakuumanzeige, und der Fehlerort ist bekannt. Schlechte Lötstellen sind dadurch zu erkennen, daß schon die geringe Erwärmung beim Auftragen von Pizein zu einem weiteren Aufreißen führt, das sich durch sprunghafte Änderung der Vakuumanzeige bemerkbar macht. Etwas erschwerend ist lediglich, daß nach Vornahme von Kittungen immer einige Minuten gewartet werden muß, bis die Metallteile sich allmählich wieder abgekühlt haben und größere Gasabgabe unterbleibt. Das geschilderte Verfahren ist besonders für die Auffindung mehrerer und größerer Undichtigkeiten zu empfehlen. Für die Feststellung feinsten Löcher muß auf eine fortlaufende Arbeitsweise verzichtet werden.

Zur *Ermittlung feinsten Poren* wird es notwendig, über längere Zeiten (beispielsweise 30 min) bei abgestellter Pumpe Luft eindringen zu lassen, um dann nach diesem Zeitraum den Vakuumwert zu bestimmen. Hierzu ist dann nur ein Vakuummesser geeignet, der selbst keinerlei Gasreste abgibt, also z. B. das Mac-Leod-Manometer. Da das letztere Quecksilber enthält, wird bei Anwendung von Öldiffusionspumpen die Zwischenschaltung einer Flüssige-Luft-Falle notwendig. Praktisch empfiehlt es sich, nur bei den ersten Vorprüfungen der zusammengesetzten Anlage und bei der ersten Inbetriebnahme ein Mac-Leod mit zu benutzen und dann später nach erfolgter Abdichtung aller Teile das Manometer abzutrennen.

Bei der Vornahme von Abdichtungsarbeiten taucht die Frage auf, wann ein Teil oder eine Anlage für ausreichend vakuumdicht erklärt werden kann. Eine

<sup>1</sup> Vgl. E. v. ANGERER: Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen, S. 96. Braunschweig: Vieweg & Sohn 1936.

genügende Abdichtung dürfte dann erzielt sein, wenn die Gasung, die aus den Wandungsoberflächen nach einigen Stunden Pumpzeit stattfindet, noch größer ist als die Gaszuführung durch die störenden Poren. Der Anteil der Gaszuführung läßt sich sehr einfach durch Aufstellung einer kleinen Tabelle nach Art der Tabelle I ermitteln.

Tabelle I.

Versuchsbedingungen: 100 cm<sup>2</sup> Eisenoberfläche, eine Vakuumdichtung mit Gummiring, Leybold-Öldiffusionsaggregat *P + Q*, Messung mit über Kühlfalle angeschlossenem Mac-Leod-Manometer.

<i>Meßwerte in tor.</i>			
	Bei laufender Pumpe	5 min nach Abspernung	30 min nach Abspernung
Sofort . . . . .	10 <sup>-5</sup>	8 · 10 <sup>-4</sup>	5 · 10 <sup>-3</sup>
Nach 1 h Pumpzeit . . . . .	8 · 10 <sup>-6</sup>	1,5 · 10 <sup>-4</sup>	8 · 10 <sup>-4</sup>
Nach 5 h Pumpzeit . . . . .	5 · 10 <sup>-6</sup>	8 · 10 <sup>-5</sup>	4 · 10 <sup>-4</sup>

Die Tabelle gibt gleichzeitig eine Unterlage über die — mit dem Mac-Leod gemessenen — Drucke, die bei einem gut abgedichteten, kleineren Metallteil praktisch etwa bestehen. Bei größeren Wandungsflächen (z. B. 20 dcm<sup>2</sup> Innenwandung) sind Werte gegeben, die etwa um den Faktor 3 bis 5 ungünstiger sind als die in der Tabelle I genannten Zahlen. Entspricht die Druckabnahme bei der Prüfung einer normalen elektronenmikroskopischen Anlage den eben angedeuteten Zahlenwerten, so kann die Metallapparatur als ausreichend abgedichtet angesehen werden.

Bei der Herstellung komplizierterer Metallvakuumkonstruktionen ist dringend zu empfehlen, vor der Zusammensetzung der Apparatur die einzelnen Teile einer sorgfältigen Prüfung auf Dichtigkeit zu unterziehen. Diese Prüfung wird erleichtert, wenn durch die im nächsten Abschnitt beschriebenen Vakuumdichtungen die Möglichkeit gegeben ist, mit aufgelegten Planscheiben die Teile einzeln

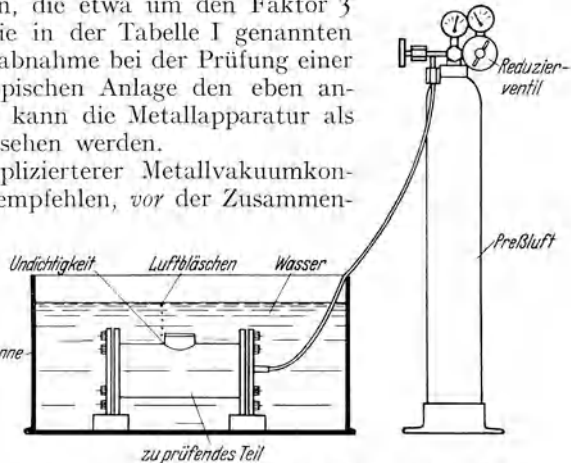


Abb. 150: Ermittlung von Undichtigkeiten durch Preßluft.

zu prüfen. Ein besonders zweckmäßiges *Verfahren zur Vorprüfung* der Teile wird durch die Zeichnung Abb. 150 angedeutet. Dieses Verfahren eignet sich vorzüglich zur Auffindung und Ausmerzung der Herstellungsfehler (Undichtigkeiten von Lötstellen, feinen Rissen, Gußporen, mangelhaften Federkörpern usw.), weil es unmittelbar den *Ort der Undichtigkeit anzeigt* und nicht bei gleichzeitigem Bestehen mehrerer Undichtigkeiten versagt. Bei sehr feinen Poren bildet sich auch nach längerem Überdruck von einigen Atmosphären nur eine einzige an der Oberfläche haften bleibende Luftblase, die sich nach Wegwischen neu bildet.

Daß bereits Poren mikroskopischer Feinheit sich bemerkbar machen können, möge an folgendem Beispiel erläutert werden. Trotz der hohen Saugleistung von mehreren Litern/Sek. ist das Gewicht der von einer Diffusionspumpe geförderten Luftmenge sehr klein. Dieses beträgt beispielsweise bei der Pumpe Leybold Modell E und einem Druck von 10<sup>-3</sup> tor nur 0,1 g pro Stunde. Da dieselbe

Luftmenge bei Atmosphärendruck in der gleichen Zeit auf eine Fläche  $3 \cdot 10^{-4} \text{ mm}^2$  aufprallt, kann die genannte Pumpe mit einer Undichtigkeit dieser Größe (Beispiel gilt nur für den Fall einer extrem dünnen Wand) kein besseres Vakuum als  $10^{-3}$  tor liefern.

## IV. Vakuumtechnische Konstruktionselemente.

Ein ausreichend kleiner Strömungswiderstand läßt sich im allgemeinen mit Rohrdurchmessern von 3 bis 4 cm und entsprechend großen Schliften, Hähnen und Kühlfallen erreichen. Die größten Strömungswiderstände liegen fast stets im Innern der Mikroskope und speziell am Ort der Elektronenlinsen. So sind an den durch die Optiken gegebenen Unterbrechungsstellen der Hauptvakuumräume außerhalb des elektronenoptischen Strahlenganges eine Anzahl Durchlaßlöcher anzubringen, die den Strömungswiderstand herabsetzen. Gestattet die übrige Konstruktion die Anbringung von Umgehungskanälen mit genügend großen Querschnitten nicht, so empfiehlt es sich, unmittelbar je Abteilung des Vakuumraumes eine besondere Leitung zur Pumpe vorzusehen. Das Kleinhalten des resultierenden Strömungswiderstandes durch entsprechende Ausgestaltung der Gesamtkonstruktion sichert jedoch allein noch nicht kürzeste Pumpzeiten. Vielmehr ist weiterhin, um mit möglichst kurzer Pumpzeit auf das erforderliche Vakuum zu kommen, darauf zu achten, daß Hohlräume, die

über kapillare Kanäle mit dem Hauptvakuum in Verbindung stehen, unbedingt vermieden sind. Nicht ausgefüllte feine Gewinde, schlechte Lötungen und Risse können in diesem Sinne die Anlaufzeit verlängern.

Die feinen Blendlöcher im Strahlengang werden leicht durch Staubteilchen, Fluoreszenzkristalle oder ähnliche Partikel verunreinigt. Die gesamte Konstruktion muß daher so gehalten sein, daß eine bequeme Reinigung möglich ist. Bei der Metallbauweise, die sich heute für Elektronenmikroskope restlos durchgesetzt hat, ist diese Reinigung in der Regel leicht durchzuführen, weil das aus Teilen zusammengesetzte Instrument stets auseinandernehmbar ist. Die lösbare Verbindung der einzelnen Konstruktionsteile erfolgt über die anschließend besprochenen, fettfreien Vakuumdichtungen.

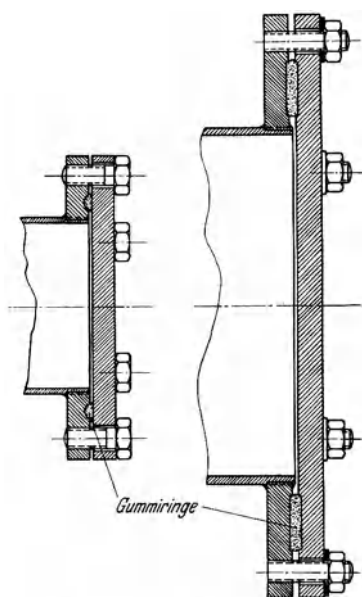


Abb. 151. Zwei typische Vakuum-Gummidichtungen.

### 1. Vakuumdichtungen.

Bei den in diesem Buch beschriebenen Konstruktionen sind für das ganze Instrument durchschnittlich 10 bis 20 Vakuumdichtungen vorgesehen. Um trotz der großen Zahl von Dichtungen die Wahrscheinlichkeit von Vakuumstörungen klein zu halten, darf bei der einzelnen Vakuumdichtung die Fehlerwahrscheinlichkeit nur in der Größenordnung von  $10^{-3}$  liegen. Es kommt also darauf an, die Vakuumdichtungen konstruktiv so auszugestalten, daß sie mit dieser großen Sicherheit auch wirklich dicht halten. Zwei typische *Vakuumdichtungen mit Gummiringen*, die der erwähnten hohen Anforderung im vollen Umfange entsprechen, sind in Abb. 151 im Schnitt gezeichnet. Eine photo-

graphische Teilansicht der besonders vorteilhaften links in der Zeichnung dargestellten Dichtung bringt Abb. 152. Nur findet bei der photographierten Ausführung das Zusammenpressen des Gummiringes durch eine Überwurfmutter statt. Die letztere hat den Vorteil, daß die Zusammenpressung gleichmäßig an allen Teilen des Ringes erfolgt und eine gewisse Zentrierung erreicht wird. Dem steht jedoch der Nachteil gegenüber, daß erhebliche Kräfte notwendig sind, um die erforderliche Zusammenpressung hervorzurufen. Immerhin lassen sich bei passender Gewindewahl und Anwendung von Schlüsseln fast immer auch mit Überwurfmutter die erforderlichen Kräfte bewirken. Nach den gesammelten Erfahrungen erscheint es zweckmäßig, für kleine Dichtungsdurchmesser (unter 5 bis 6 cm Gummiringdurchmesser) die Kräfte durch Anziehen einer Überwurfmutter und für größere Dichtungsdurchmesser durch sechs gleichmäßig über

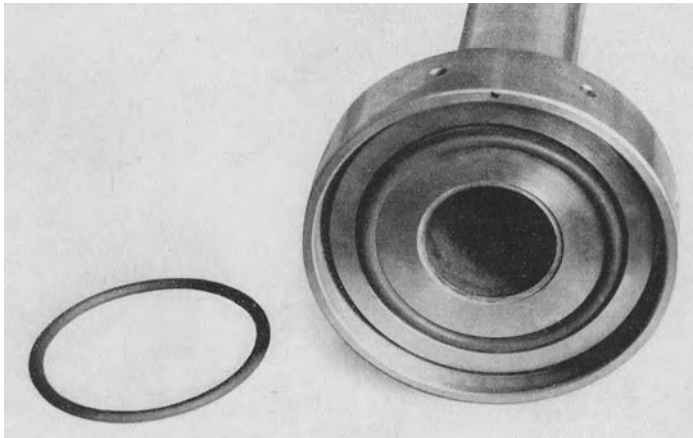


Abb. 152. Teilansicht einer Vakuumdichtung mit einem Gummiring von rundem Querschnitt und Überwurfmutter.

den Umfang verteilte Schrauben hervorzurufen. Das Anziehen einer Gummidichtung nach Art der Abb. 151 links mit nur drei kräftigen Schrauben ist dann vorzusehen, wenn unter Vakuum eine *Nachjustierung der Achsen* der miteinander verbundenen Konstruktionsteile vorgenommen werden soll. Die mit solchen Dichtungen einstellbare größte Neigung der Achsen beträgt etwa  $5^\circ$ .

Für die *Gummidichtungsringe* sind spezielle Gummisorten<sup>1</sup> notwendig. Am besten werden die Abmessungen der Konstruktion so gehalten, daß handelsübliche<sup>2</sup> Dichtungsringe Verwendung finden können.

Neben der besprochenen Vakuumdichtung kommen besonders für Laboratoriumsanlagen auch häufig *Vakuumdichtungen mit Kittungen* in Frage. Sofern es die betreffenden Konstruktionsteile vertragen, sollten solche Kittungen nicht mit Pizein, sondern mit Apiezonkitten von höherem Schmelzpunkt (insbesondere Apiezonwachs W) vorgenommen werden. Auf diese Weise empfiehlt es sich z. B., die Beobachtungsfenster zu befestigen. Bei Dichtungen von größerem Durchmesser sind Kittungen möglichst zu umgehen, da bei ihnen durch unvermeidliche Kräfte fast immer Materialverspannungen eintreten, die zu einem plötzlichen Losreißen der Kittungen führen können. Bei vielen Linsenkonstruktionen ist eine Wasserkühlung vorgesehen. Indem in den hierfür bestimmten

<sup>1</sup> Vgl. W. ESPE u. M. KNOLL: Werkstoffkunde der Hochvakuumtechnik, S. 222. Berlin: Julius Springer 1936.

<sup>2</sup> Zum Beispiel die verschiedenen Leybold-Dichtungsringe für die Pumpenaggregate der gleichen Firma.



Kanal Wasserdampf eingeleitet wird, kann eine gleichmäßige Erhitzung der Metallflächen der Optik herbeigeführt und eine besonders einwandfreie Ankittung angrenzender Flanschrohre vorgenommen werden. In unmittelbarer Nähe der Kathode sind wegen der nach längerer Betriebszeit gegebenen Aufheizung und wegen der großen Gasempfindlichkeit der Kathode Kittungen zu vermeiden.

Fettdichtungen erscheinen für Verbindung von nicht gegeneinander bewegten Konstruktionselementen bei dem heutigen Stande der Vakuumtechnik nicht mehr angebracht (größere Fehlerwahrscheinlichkeit, Notwendigkeit von Neufettungen, Unsauberkeit) und können daher in diesem Zusammenhang unberücksichtigt bleiben.

## 2. Vakuumlötungen.

Bei den zum Teil recht komplizierten Formen einzelner Konstruktionselemente von Elektronenmikroskopen sind *vakuumdichte Lötungen* außerordentlich häufig. Für sie gilt in noch stärkerem Maße das gleiche, was oben über die Fehlerwahrscheinlichkeit von Vakuumdichtungen gesagt wurde. Während jedoch jeder gute Mechaniker einwandfreie Vakuumdichtungen herstellen kann, trifft dies für Vakuumlötungen nicht zu. Hier sind gewisse Erfahrungen, verbunden mit einer außerordentlich zuverlässigen und sauberen Arbeit, notwendig. Sorgfältigste Reinigung der Teile vor dem Lötvorgang, richtiger Gewindeschnitt und tadelloses Verlaufenlassen des Bindemetalls im Gewinde sind notwendig.

Zur Frage *Weichlötung oder Hartlötung* dürfte die Mitteilung folgender Erfahrungen interessieren: Bei allen Verbindungsstellen, wo Eisen mit Eisen oder Eisen mit Messing vakuumstark gelötet werden soll, sichert (jedenfalls bei den Abmessungen der im allgemeinen vorliegenden Apparateile) nur die Hartlötung einwandfreie Ergebnisse. Damit die Hartlötung gut gelingt, müssen die Verbindungsstellen durch Abbrennen mit Säure oder noch besser durch sorgfältiges Abschaben gereinigt und sodann mit feuchtem Borax eingeschmiert werden. Anschließend werden die Verbindungsstellen zusammengeschraubt — gegebenenfalls durch wenige Hilfsschrauben — und auf Holzkohlenfeuer soweit gleichmäßig erwärmt, bis das außen auf die Lötstelle aufgebrachte Silberlot schmilzt und in die Lötfläche eindringt. Weiterhin empfiehlt es sich, weiche Eisensorten zu benutzen. Die höhere mechanische Festigkeit der Hartlötung hat große Bedeutung, sobald mit mechanischer Beanspruchung der Verbindungsstelle zu rechnen ist. So ist beispielsweise ein Aufreißen der Lötstelle von Vakuumdichtungen mit Eisenrohren und Flanschen sicher nur bei Anwendung von Hartlötung zu vermeiden. Bei dem Zusammenlöten von Messing- und Eisenrohren ist die Anordnung der Gewinde so zu treffen, daß im Laufe der Abkühlungsperiode nach dem Löten das äußere Gewinde sich stärker zusammenzieht als das innere Gewinde (Messing außen!).

Bei sehr großen Konstruktionsstücken, wo die Gefahr von Verspannungen durch höhere Temperaturen besteht, und bei Verbindungsstellen Messing-Messing ist die einfacher durchzuführende Weichlötung zu empfehlen. Die letztere ist bei Messing-Messingverbindungen auch dann erlaubt, wenn z. B. durch Anziehen von Flanschverschraubungen mechanische Spannungen entstehen können. Die Weichlötung erfolgt zweckmäßig an mit Gewinde versehenen Werkstücken. Die beiden Lötstellen bzw. Gewinde werden unter Verwendung von Lötöl gut verzinnt und in heißem Zustande verschraubt.

Befinden sich mehrere Lötstellen am gleichen Werkstück, so sind Lötungen gleicher Lötart gleichzeitig auszuführen. An nachträglich schwer erwärmbaren Teilen kann, soweit nicht mit mechanischen Beanspruchungen der Lötstelle zu rechnen ist, bei Vorhandensein von Undichtigkeiten eine Nachlötung mit Woodschem Metall stattfinden.

### 3. Schliffe und federnde Verbindungen.

Metallhähne und Metallschliffe finden sich in verschiedenen Teilen von Elektronenmikroskopanlagen, insbesondere dort, wo mechanische Verstellungen im Inneren vorgenommen werden müssen. Die Fettung dieser Schliffe, die in der Regel nur wenige Umdrehungen je Aufnahme auszuhalten haben, wird zweckmäßig durch Apiezonfette vorgenommen. Das gleiche gilt auch für Glasschliffe, die zum Anschluß des Kathodenrohres noch häufig Verwendung finden.

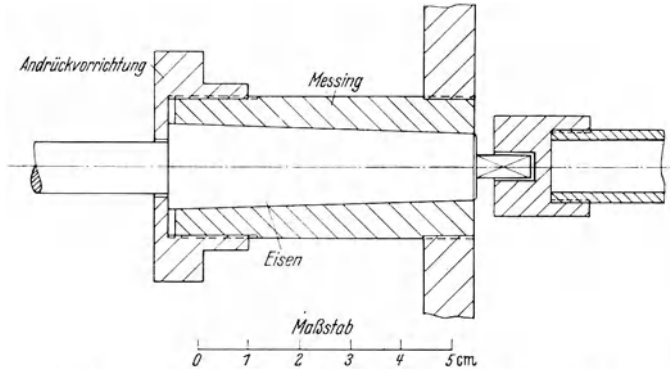


Abb. 153. Antriebschliff für mehrere hundert Umdrehungen bei einer Fettung.

Um sauber passende Schlißflächen zu erhalten, ist nach möglichst genauer Herstellung der Einzelschliffe ein gegenseitiges *Einschleifen* notwendig. Als Schleifmittel eignet sich bei Metall-Metall-Schliffen feines Bimsteinpulver in Öl

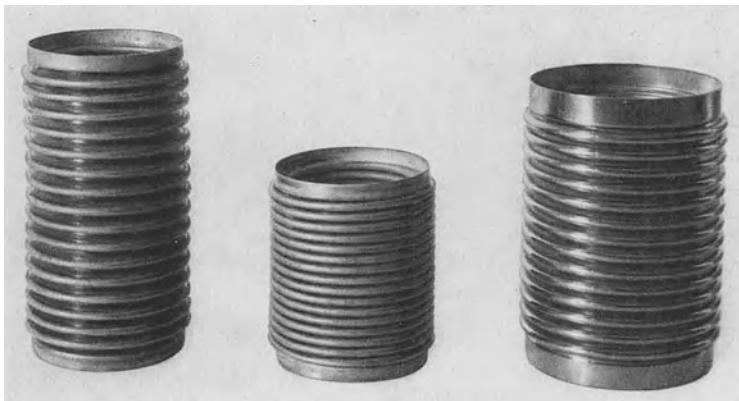


Abb. 154. Ansicht von Federkörpern zur Herstellung federnder Vakuumverbindungen.

und bei Glas-Metall-Schliffen Bimsteinpulver in Wasser. Während kleinere Glasschliffe gleicher Normbezeichnung mit Metallgegenschliffen nach dem Einschleifen mit einem Normalschliff austauschbar sind, muß bei Größen über DIN 55/10 jeder Normalschliff individuell eingeschliffen werden. Bei allen Glasschliffen, die fest eingebaut werden (z. B. Pumpanschluß), ist eine Kittung insbesondere mit Apiezonwachs der Fettdichtung vorzuziehen. Ungewöhnlich starke Schliffbeanspruchungen sind bei der weiter unten beschriebenen Ausführungsform eines Elektronen-Rastermikroskopes mit photographischer Aufzeichnung gegeben. Hier wird die die lichtempfindliche Schicht tragende

Registriertrommel über einen Schliff von außen motorisch angetrieben. Je nach der Zeilenzahl des Bildes kommen für die einzelne Aufnahme 180, ja sogar 360 Schliffumdrehungen in Frage. Während dieser Umdrehungen muß der Schliff bei einmaliger Fettung absolut dicht halten. Die Zeichnung eines für so hohe Drehzahlen bestimmten Antriebsschliffes, dessen Abmessungen sich im praktischen Betrieb sehr gut bewährt haben, ist in Abb. 153 wiedergegeben. Erst die Andrückvorrichtung sichert vollkommene Dichtung. Ähnliche Abmessungen von Schliff und Konuswinkel empfehlen sich auch für normale Einstellschliffe, nur erübrigt sich dann die in der Abbildung mitgezeichnete Andrückvorrichtung. Grundsätzlich ist anzuraten, Konusteil und Außenteil von Schliffen oder Hähnen aus verschiedenen Materialien (z. B. Messing einerseits und Eisen oder Bronze andererseits) zu wählen, um ein besonders rillenfreies Einschleifen zu erreichen.

Ein weiteres wichtiges Konstruktionselement der Hochvakuumtechnik sind *Federkörper*, insbesondere aus Tombakrohr. Diese Federkörper werden in den verschiedensten Größen von 15 bis 150 mm Außendurchmesser hergestellt<sup>1</sup>. Sie gestatten speziell in der dünnwandigen Ausführung eine Längsverschiebung von bis zu 40% der Länge des Federkörpers in ungedrücktem oder ungedehntem Zustande. Die zylindrischen Enden des Federkörpers sind durch Weichlötung mit angrenzenden Rohrteilen zu verbinden. Das Aussehen von Federkörpern vermittelt die Abb. 154. Für Pumpanschlüsse, Vakuumkurbeln, Vakuumdruckknöpfe, für Einrichtungen mit mechanischen Verschiebungen im Vakuum und schließlich zum Steuern von Ventilen haben die Federkörper große Bedeutung erlangt.

<sup>1</sup> Hersteller: Deutsche Waffen- und Munitionsfabriken Berlin-Borsigwalde.

## H. Die Hochspannungsanlagen der Elektronenmikroskope.

### I. Die Messung von Schwankungen der Hochspannung.

Schwankungen der hochgespannten Beschleunigungs- und Linsenspannungen haben bei Elektronenmikroskopen in der Regel starke Rückwirkungen auf die Abbildungsverhältnisse und insbesondere auf die Bildschärfe. Trotzdem kann bei Belichtungszeiten unterhalb einiger Sekunden auf eine Stabilisierung der Hochspannungen durch Messung und Regelung verzichtet werden, sofern die Hochspannungsanlage bei Stromentnahmen von nicht über  $10^{-3}$  A Beruhigungskapazitäten von der Größenordnung 0,1 bis  $1\ \mu\text{F}$  Kapazität besitzt. Es genügt dann unter visueller Beobachtung des Leuchtschirmes auf größte Bildschärfe einzustellen und unmittelbar anschließend die Belichtung vorzunehmen. Man kann dann gewiß sein, daß im Hinblick auf die große Zeitkonstante des Gesamtsystemes die Spannung sich während des kurzen Zeitraumes nicht um kritische Beträge verändert. Diese Annahme hat besonders in solchen Fällen ihre Berechtigung, wo der normale Strahlstrom auch vor der eigentlichen Belichtung fließt, wo also während der Einstellungs- und Aufnahmeperiode keinerlei Änderungen der Stromentnahme stattfinden. *Elektronenverschlüsse* vor dem Objekt bzw. besser vor der Kamera ermöglichen die Erfüllung dieser Forderung. Als Elektronenverschlüsse können beispielsweise einfache mechanische Einrichtungen dienen. Gerade neuere Entwicklungen der Übermikroskopie (Untersuchung dickerer Schichten mit reellen Objektivblenden von sehr kleinem Durchmesser, Dunkel-feldbeobachtung, Elektronen-Schattenbildmikroskop, Elektronen-Rastermikroskop, Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop) haben jedoch dazu geführt, daß in vielen Fällen mit Belichtungszeiten von mehreren Sekunden, Minuten, ja sogar Stunden gerechnet werden muß. Bei längeren Belichtungszeiten besteht der Zwang, die Scharfstellungsbedingungen mindestens über die Dauer der Einstellungs- und Belichtungszeit durch weiter unten besprochene Einrichtungen konstant zu halten.

#### 1. Einfluß von Anodenspannungsschwankungen auf die Bildschärfe.

Die Güte übermikroskopischer Abbildungen kann durch Schwankungen der elektronenoptischen Eigenschaften von Objektivlinsen, Projektionslinsen, Kondensorlinsen, Elektronenprismen usw. verringert werden. Fast stets überwiegt der Einfluß von Schwankungen der Objektiveigenschaften weit alle anderen Einflüsse der Anlage, so daß bei Speisung aller elektronenoptischen Elemente aus Stromquellen gleicher Konstanz es genügt, allein die Verhältnisse im Objektivsystem zu betrachten. Den Einfluß von Schwankungen der Anodenspannung bei verschiedenen Objektivarten veranschaulicht Abb. 155.

Besteht das Objektiv aus einer elektrostatischen Einzellinse mit so großer Mittelelektrodenöffnung, daß die Mittelelektrode an Kathodenpotential gelegt werden kann, so ist völlige Spannungsunabhängigkeit der Linsenbrechkraft

gewährleistet. Wird das Objektiv durch eine Einzellinse mit kleiner Mittelelektrodenöffnung (kürzerer Grenzbrennweite!) gebildet, so ist bei Anodenspannungsschwankungen eine Rückwirkung auf die Schärfeneinstellung ebenfalls nicht gegeben, wenn nur das Verhältnis der Anodenspannung zur Mittelelektrodenöffnung konstant bleibt. Diese Forderung läßt sich in einfachster Weise dadurch erfüllen, daß die Linsenspannung an einem aus gleichartigen Widerständen hergestellten und zur Hochspannungsquelle parallel liegenden

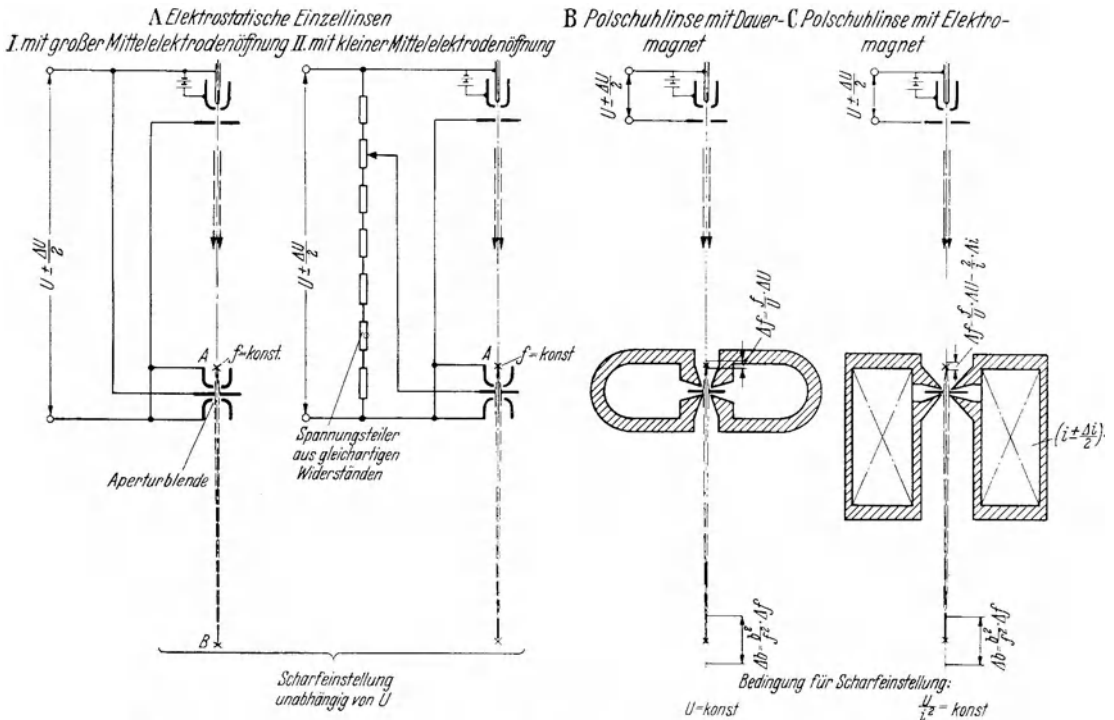


Abb. 155 A und B. Einfluß von Schwankungen der Anodenspannung bei verschiedenen Objektivarten.

*Spannungsteiler* abgegriffen wird. Die Ausführung aus gleichartigen Widerständen sichert davor, daß nicht durch Unterschiede in Belastung oder Temperaturträchtigkeit die Größe der Spannungsteilung sich im Verlauf der Betriebszeit ändert. Aus dem gleichen Grunde empfiehlt es sich, die Widerstandskette so zu dimensionieren, daß die einzelnen Widerstände erheblich unterhalb ihrer (Spannungs- und Leistungs-) Belastungsgrenze arbeiten, und ferner, die Widerstände so anzuordnen, daß sie die gleiche Kühlung (beispielsweise Luft- oder Ölkühlung) erhalten. Da bei Berücksichtigung dieser Gesichtspunkte Hochspannungsteiler der erforderlichen Konstanz verhältnismäßig leicht zu realisieren sind, können auch Elektronenmikroskope mit elektrostativen Linsen kleiner Mittelelektrodenöffnung in der Regel auf die weiter unten besprochenen Spezialmeßeinrichtungen höchster Genauigkeit zur Kontrolle des Anoden- und Linsenspannungswertes verzichten.

Bei Mikroskopen mit Dauermagnet-Polschuhlinsen ist gleichbleibende Bildschärfe nur zu erreichen, wenn die Anodenspannung extrem konstant gehalten wird. Die Größe der zulässigen Schwankungen ist aus Darlegungen und Kurven im Kapitel B II 4a zu entnehmen.

Bei Mikroskopen mit elektromagnetisch erregten Polschuhlinsen und längeren Belichtungszeiten genügt es nicht allein, den Anodenspannungswert zu stabilisieren; vielmehr kommt es bei dieser wichtigen Ausführungsform darauf an, den Quotient von Anodenspannung und dem Quadrat des Feldspulenstromes konstant zu halten. Eine Meßeinrichtung sehr großer Genauigkeit, die entweder den Anodenspannungswert allein oder den genannten Quotientenwert unmittelbar zu kontrollieren gestattet, soll im folgenden Abschnitt besprochen werden.

## 2. Meßeinrichtung zur Kontrolle der Schärfeneinstellung.

Bei Mikroskopen mit elektromagnetisch erregten Linsen kann die Schärfeneinstellung entweder durch Veränderung des  $U$ -Wertes oder des  $i$ -Wertes vorgenommen oder auch gestört werden. Bei vielen praktischen Versuchen hat man durch konstante Spannungsquellen, Gleichhalter, Regler und Meßinstrumente danach gestrebt, sowohl den  $U$ -Wert als auch den  $i$ -Wert für sich möglichst konstant auf dem zweckmäßigen bzw. notwendigen Wert zu halten. Dabei zeigte sich, daß selbst bei Vorhandensein genügend konstanter und hinreichend fein regelbarer Stromquellen Schwierigkeiten gegeben sind durch die für diesen Zweck noch nicht ausreichende Ablesegenauigkeit üblicher Hochspannungsvoltmeter und Strommeßinstrumente. Vor allen Dingen jedoch wurde die gleichzeitige Einregelung und Konstanthaltung *zweier* Größen als besonders unangenehme Notwendigkeit empfunden.

Im folgenden soll eine Einrichtung beschrieben werden, die die geschilderten Schwierigkeiten aufhebt, indem sie nicht nur die Hochspannung und auch den Objektivstrom mit einer *Genauigkeit von etwa  $10^{-4}$*  zu messen gestattet, sondern zugleich durch *unmittelbare Messung des maßgebenden Quotientenwertes* die Kontrolle der Schärfeneinstellung auf die Messung und Einregelung eines *einzig*en Wertes zurückführt.

### a) Prinzip.

Schematisch ist die für diese Aufgabe entwickelte Meßanlage<sup>1</sup> in der Zeichnung Abb. 156 dargestellt. Parallel zu den Hochspannungsklemmen des Elektronenmikroskopes (angedeutet ist in dieser Abbildung als Beispiel ein Elektronensonden-Mikroskop) liegt ein *Elektronenstrahlrohr besonderer Bauart*. In der gezeichneten Ausführungsform ist die Röhre nahe der Mitte geknickt ausgeführt. Ein Elektromagnet oder bei reiner Spannungsmessung ein permanenter Magnet bewirkt jene Ablenkung der Elektronenbahnen, die notwendig ist, um den Fluoreszenzfleck bei einer mittleren Anodenspannung auf die Mitte des großen Leuchtschirmes der Elektronenstrahlröhre zu bringen. Tritt nun eine Änderung der Anodenspannung ein oder ändert sich der den Hilfsmagneten durchfließende und vom Objektivstrom des Elektronenmikroskopes abgezweigte Stromanteil, so verlagert sich nach den bekannten Ablenkgesetzen der BRAUNschen Röhre die Flecklage auf dem Schirm.

Der zur Erreichung hoher Meßgenauigkeiten notwendige kleine Fleckdurchmesser bei großer elektronenoptischer Bildweite (großem Ablenkhebelarm) erfordert eine besonders zweckmäßige Ausgestaltung des Fleckerzeugungssystemes. Erleichtert wird diese Ausgestaltung dadurch, daß bei der hier vorliegenden Aufgabe nur ein deutliches Sichtbarsein des Fleckes zu verlangen ist. Dies wird z. B. bei Anodenspannungen über 20 kV schon mit Anodenströmen von unter  $10^{-9}$  A erreicht. Das Fleckerzeugungssystem kann also ohne wesentliche Rücksichtnahme auf die von ihm zur Verfügung gestellten Elektronenstromwerte allein nach den Gesichtspunkten der Erreichung größter Schärfe dimensioniert werden.

<sup>1</sup> Beschrieben in M. v. ARDENNE: Das Elektronen-Rastermikroskop, praktische Ausführung. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 11 S. 407.

Das System zur Herstellung des Elektronenbündels kann genau so ausgebildet sein wie die im Kapitel F I beschriebenen Anordnungen. Die Betriebsweise ist jedoch etwas verschieden, und zwar soll bei der Kontrolleinrichtung grundsätzlich mit möglichst stark negativen Spannungen am Wehnelt-Zylinder gearbeitet werden, um zu bewirken, daß ein besonders kleiner Anfangsquerschnitt des Elektronenbündels besteht und daß die Einrichtung zur Schärfeneinstellung keine merkliche Belastung der Hochspannungsquelle im Vergleich zu der Belastung darstellt, die durch das Elektronenmikroskop selbst gegeben ist.

Der kleinste Querschnitt des Elektronenbündels (etwa 0,1 mm Durchmesser) wird durch die gezeichnete magnetische Optik, die ihren Strom ebenfalls aus dem

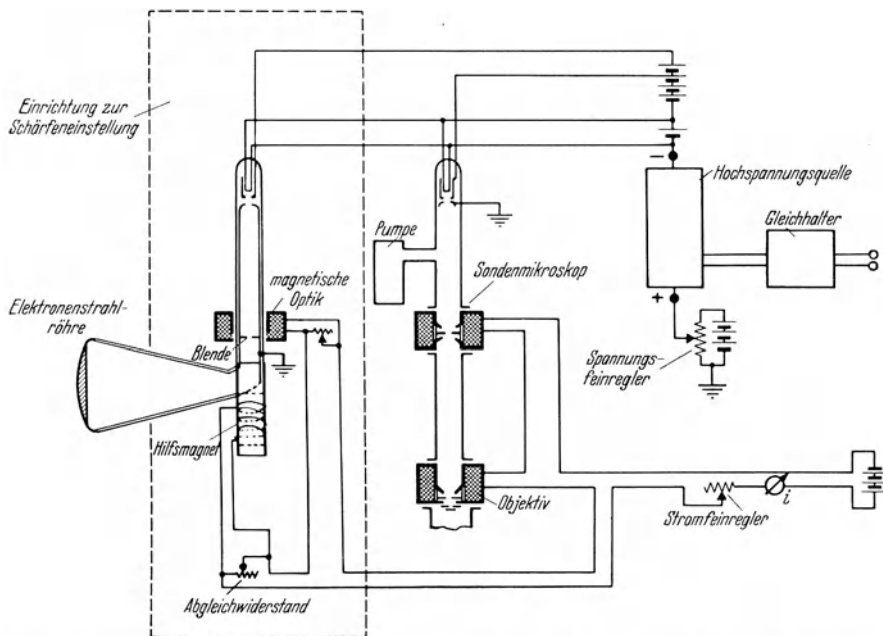


Abb. 156. Einrichtung zur Kontrolle der Schärfeneinstellung bei magnetischen Elektronenmikroskopen.

Objektivstromkreis beziehen kann, auf dem Leuchtschirm abgebildet. Im Interesse möglichst großer Fleckschärfe soll dabei die Anordnung so bemessen sein, daß die Bildweite möglichst kleiner ist als die Gegenstandsweite. Abmessungen, die bei einer praktischen Ausführung der Anordnung sich bewährt haben, sind in der rechts wiedergegebenen Zeichnung gebracht. Damit nicht durch Wandladungen der Elektronenstrahlröhre Fleckunschärfen und undefinierte Fleckablenkungen entstehen können, ist die gesamte Innenwandung des Entladungsgefäßes in bekannter Weise leitend zu belegen, falls es sich nicht schon um eine Metallkonstruktion handelt.

Bei der starken Ablenkung durch den Hilfsmagneten ist zu befürchten, daß eine Verbreiterung des Leuchtfleckes durch Inhomogenität des Ablenkkfeldes (beispielsweise des Streufeldes) eintritt. Da nur Feldstärkenunterschiede und Unsymmetrien im Querschnitt des Elektronenstrahles sich schädlich auswirken können, läßt sich dieser Einfluß durch starke Herabsetzung des Strahlquerschnittes ausschalten. Hierzu dient die im Schwerpunkt der magnetischen Optik gezeichnete Blende, die zugleich die Öffnungsfehler dieser Optik selbst auf einen unmerklichen Betrag verringert, wenn Blendöffnungsdurchmesser von

beispielsweise 0,2 bis 0,1 mm benutzt werden. Praktische Versuche mit der weiter unten besprochenen Ausführung zeigten, daß lichtstarke Leuchtflecke oder Lichtstriche von 0,1 mm Schärfe mühelos bei einem Ablenkhebelarm von 500 mm erreichbar sind. Wird durch geeignete, vergrößernde optische Mittel der Leuchtfleck oder Leuchtstrich anvisiert, so können bei einem Fleckdurchmesser bzw. einer Strichbreite von 0,1 mm Änderungen der Flecklage von 0,03 bis 0,05 mm noch tadellos beobachtet werden.

Im Rahmen einer Untersuchung über den günstigsten Winkelwert der Hilfsablenkung zeigte es sich, daß bei 90° Ablenkung ein Maximum der Empfindlichkeit besteht.

Unter der Annahme, daß eine Flecklageänderung von  $\Delta x$  die untere Grenze der Erkennbarkeit darstellt, ergibt sich folgende Beziehung für die kleinste, mit 90° Hilfsablenkung erkennbare Spannungsänderung:

$$\Delta U = \frac{2 \cdot U \cdot \Delta x}{l} V.$$

Hierin bedeutet  $U$  die mittlere Spannung der Anodenstromquelle und  $l$  die Elektronenbahnlänge zwischen Schwerpunkt der 90°-Hilfsablenkung und dem Leuchtschirm. Aus den zuvor genannten Zahlenwerten und dieser Beziehung folgt für einen  $l$ -Wert von beispielsweise 500 mm eine Spannungsmeßgenauigkeit von fast  $10^{-4}$ .

Reicht für Spezialaufgaben diese Meßgenauigkeit noch nicht aus, so kann durch mehrmalige 90°-Ablenkung des Elektronenstrahls, also beispielsweise durch zickzackförmige Führung der Elektronenbahn die Empfindlichkeit der Anordnung soweit gesteigert werden, bis schließlich die verschiedenen Austrittsgeschwindigkeiten der Elektronen aus der Glühkathode eine Fleckverbreiterung bewirken. Bei mehrfacher Ablenkung

könnte an jeder Knickstelle ein permanenter Magnet mit geeigneter Feldstärke oder ein Elektromagnet angeordnet sein. Im letzteren Falle würde gleichzeitig auch die  $i$ -Wertmessung mit stark heraufgesetzter Genauigkeit erfolgen. Da eine Meßgenauigkeit von  $10^{-4}$  in der Übermikroskopie stets ausreicht, und da diese Genauigkeit auch mit nur einmaliger Hilfsablenkung nahezu erreichbar ist, mag es genügen, im folgenden Abschnitt die praktische Ausführung einer Anordnung zu besprechen, die nur mit einmaliger Hilfsablenkung arbeitet.

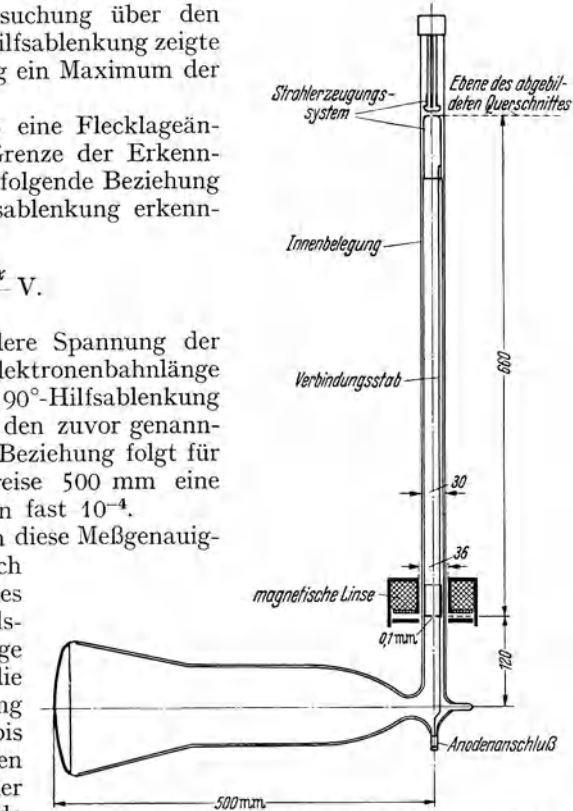


Abb. 157. Ausführung und Abmessungen einer abgeschmolzenen Elektronenstrahlröhre zur Schärfeneinstellung.

### b) Ausführung.

Die Ausführung und Abmessungen einer abgeschmolzenen Elektronenstrahlröhre für 90° Ablenkung sind in der Zeichnung Abb. 157 angegeben. Wie aus der Zeichnung ersichtlich, verhalten sich:

$$\frac{\text{Bildweite}}{\text{Gegenstandsweite}} = \frac{620 \text{ mm}}{660 \text{ mm}} = 0,94,$$



so daß also bereits eine leichte Verkleinerung des abgebildeten kleinsten Elektronenstrahlquerschnittes eintritt. Der Ablenkhebelarm ist mit  $l = 500$  mm nur 120 mm kleiner als die Bildweite.

Eine noch stärkere Annäherung der magnetischen Optik an die Polschuhe des Magneten empfiehlt sich nicht, da sonst ein zu starker Astigmatismus durch Verzerrung des Feldes der magnetischen Optik eintritt. Schon bei den angegebenen Abmessungen sind die Felder von Optik und Hilfsmagnet nicht völlig unabhängig voneinander, denn es zeigt sich, daß an Stelle des sonst zu erwartenden extrem scharfen, kreisrunden Leuchtfleckes ein Leuchtfleck entsteht, dessen Durchmesser bei der angegebenen Blendöffnung etwa doppelt so groß ist wie der theoretisch zu erwartende. Da jedoch durch geringe Vergrößerung der Brechkraft der Optik der Leuchtfleck leicht in einen horizontalen Leuchtstrich von etwa 1 mm Länge und 0,1 mm Breite übergeführt werden kann, und da die Ablesung bei einem Leuchtstrich leichter gelingt als bei einem runden Leuchtfleck, ist die bei den angegebenen Abmessungen noch bestehende gegenseitige Beeinflussung der beiden Magnetfelder unschädlich. Bei noch stärkerer Annäherung von Optik und Magnetpolschuhen nimmt schließlich die kleinste einstellbare Strichbreite zu und verlagert sich der Leuchtstrich auf dem Schirm der Meßröhre in Abhängigkeit von  $U$  und  $i$  dann nicht mehr genau vertikal, sondern bewegt sich auf einer mehr oder weniger stark gegen die Vertikale geneigten Linie. In gewissen Grenzen gelingt eine Abschwächung der besprochenen gegenseitigen Beeinflussung auch durch Zwischenschaltung einer magnetischen Abschirmwand zwischen Optik und Hilfsmagnet.

Da der ausnutzbare Bereich des Fluoreszenzschirmes mehr als 100 mm beträgt, so ergibt sich unter der Annahme einer kleinsten meßbaren Lagenänderung des Leuchtstriches von 0,05 mm, daß der Meßbereich mehr als 2000mal so groß ist wie die kleinste meßbare Lagenänderung. Bei dem großen Umfang des Meßbereiches gestaltet sich die Ableichung und Bedienung der Meßanlage außerordentlich einfach.

Schon oben wurde darauf hingewiesen, daß der Stromverbrauch der Meßröhre klein gegen den Strombedarf des Elektronenmikroskopes sein muß. Je kleiner der Stromverbrauch der Meßröhre ist, desto weniger können Schwankungen ihres Verbrauches auf die Größe der Gesamtspannung zurückwirken. Damit der Stromverbrauch klein bleibt, sind die Elektroden des Strahlerzeugungssystems besonders gut zu zentrieren, denn nur wenn die Mitte des Elektronenbündels mit der Blendöffnung der magnetischen Optik zusammenfällt, läßt sich auch bei stark negativen Vorspannungen des Wehnelt-Zylinders eine ausreichende Fleckhelligkeit erreichen. Um eine nachträgliche Zentrierung zu ermöglichen, empfiehlt es sich, einen Teil der Anode des Strahlerzeugungssystems aus einem von außen schwach magnetisierbaren Material herzustellen.

Durch gutes Ausglühen der Elektroden und sorgfältiges Pumpen läßt sich die Neigung zu Entladungsansätzen bei Spannungen bis zu 30 kV auch in abgeschmolzenen Röhren mit Oxydkathode verhindern. Für höhere Spannungen ist es ratsam, das Meßrohr als Metallkonstruktion auszubilden und über eine Vakuumentleitung von großem Querschnitt mit an die Pumpanlage anzuschließen.

Die Ansicht einer Anordnung mit Elektronenstrahlrohr, einmaliger  $90^\circ$  Ablenkung, Elektromagnet und den Stromquellen gibt die Photographie Abb. 158 wieder. Als Elektromagnet ist hier ein Leybold-Experimentiertransformator mit durchgeschnittenem Joch und zwei 1000-Windungsspulen benutzt. Im Interesse eines kleinen Streufeldes sind die Polschuhe möglichst eng eingestellt. Als Elektronenoptik dient eine normale gekapselte Spule mit eisenfreiem Spalt.

Den Aufbau einer analogen Anlage für Spannungen über 30 kV mit an der Pumpe liegendem Meßrohr zeigt die Photographie Abb. 159. Die Strichlage wird hier aus der Ablesung eines links sichtbaren sehr stabil aufgestellten Kathetometers gemessen. Das letztere ist mit Optiken und Teilungen versehen,

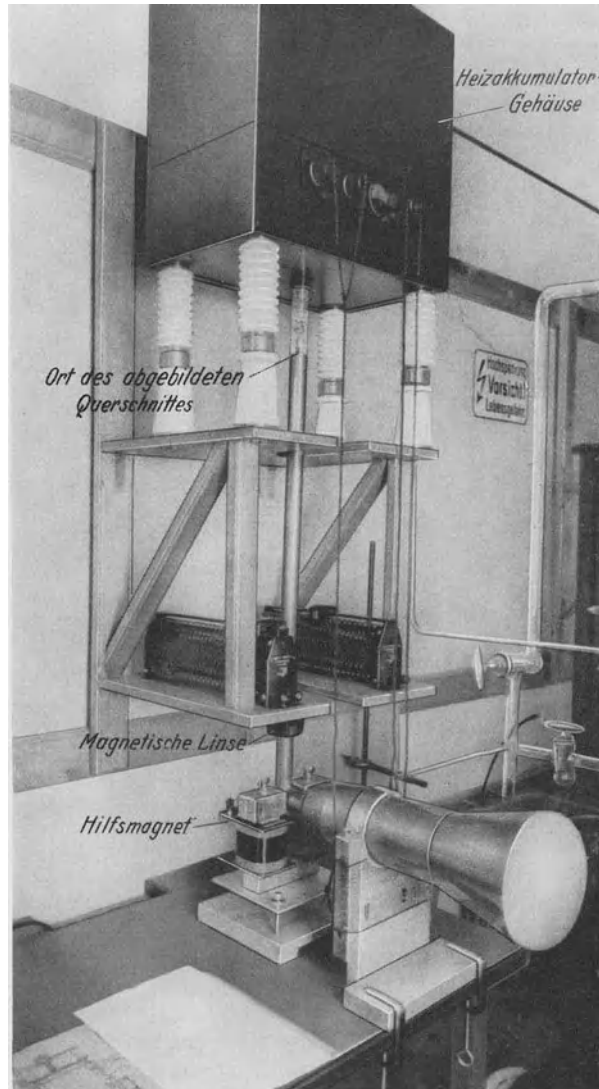


Abb. 158. Ansicht der Quotientenwert-Meßeinrichtung mit abgeschmolzener Elektronenstrahlröhre und Elektromagnet.

die die präzise Bestimmung von Lagenänderungen bis weniger als 0,05 mm gestatten. Vor Beginn einer Meßfolge empfiehlt es sich, die Aufstellung des Kathetometers mit Hilfe einer auf dem Fluoreszenzschirm angebrachten Markierung zu justieren. Bei genügend stabiler Aufstellung des Hilfsmagneten und bei hervorragenden Kontakten der Stromanschlüsse und der Widerstandsabgriffe des Objektivstromkreises (fest angezogene Schellen benutzen!) ist eine gute Reproduzierbarkeit gegeben.

Infolge der trägheitslosen Anzeige der Elektronenstrahlröhre, die zugleich auch eine eventuell vorhandene mangelhafte Beruhigung erkennen läßt, bereitet die Aufrechterhaltung eines bestimmten Einstellungswertes keine größere Mühe wie die Festhaltung eines Sternes in der Mitte des Okularfadenkreuzes bei astrophotographischen Aufnahmen. Durch Betätigung des Spannungsfleinreglers oder des Stromfeinreglers ist lediglich dafür zu sorgen, daß während der Dauer der Belichtungszeit der Leuchtstrich oder Leuchtfleck auf dem Horizontalfaden des Kathetometers liegen bleibt.

An Stelle der Regelung mit der Hand kann auch eine automatische Regelung treten. Die Verlagerung des Fluoreszenzfleckes wird dann in Verbindung mit

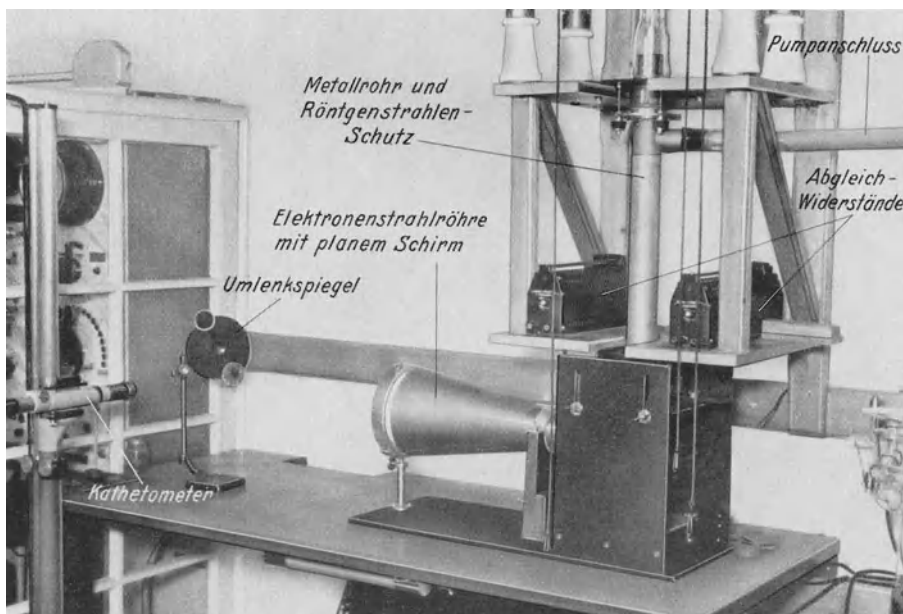


Abb. 159. Neuere Ausführung der Hilfseinrichtung zum Aufrechterhalten der Bedingungen bester Schärfe mit Kathetometer für Lagenmessung des Leuchtfleckes.

Spezierschaltungen dazu benutzt, beispielsweise die Anodenspannung der Meßröhre und damit auch die Anodenspannung des parallel liegenden Elektronenmikroskopes zu regeln. Der hierbei notwendige Aufwand an Photozellen, Verstärkern usw. dürfte sich allerdings nur in solchen Anlagen lohnen, die grundsätzlich mit Belichtungszeiten von mehreren Stunden arbeiten.

### c) Erreichte Meßgenauigkeiten.

Da mit den abgebildeten und besprochenen Anordnungen sich Flecklageänderungen von 0,03 bis 0,05 mm ausreichend erkennen ließen, konnte auch experimentell die erwartete Meßgenauigkeit von fast  $10^{-4}$  bestätigt werden.

Die Schärfeneinstellung allein auf Grund des Quotienten  $U/i^2$  hat zur Voraussetzung, daß die Magnetisierungskennlinien von Hilfsmagnet und Mikroskopobjektiv ähnlich verlaufen und daß die Arbeitspunkte von beiden Kennlinien ungefähr die gleiche relative Lage haben. Diese Voraussetzung ist streng kaum zu erfüllen, deshalb empfiehlt es sich, beim Arbeiten mit der Einrichtung die Magnetisierungskennlinien nur in einem kleinen Bereich auszusteuern. Dies ist dann gegeben, wenn mit Hilfe technischer Spannungs- und Strommesser,

üblicher Regelwiderstände und üblicher Spannungs- oder Stromgleichhalter die Spannungs- und Stromwerte konstant gehalten werden. Dann wird durch Veränderung einer der beiden Komponenten (Anodenspannung oder Optikenstrom) der Leuchtfleck der Anordnung auf dem der Scharfstellung entsprechenden Skalenwert gehalten. Durch die Beschränkung des Arbeitsbereiches kann gleichzeitig auf die Berücksichtigung von Gliedern höherer Ordnung in  $U$  bei der Nachbildung der Ablenkabhängigkeiten des Mikroskopobjektives verzichtet werden.

Versuche zeigten, daß bei Vorhandensein der Vorregelung tatsächlich nur die Feinnachregelung *einer* der beiden Komponenten notwendig ist, um eine einmal gefundene Scharfstellung permanent aufrechtzuerhalten. Man sieht, daß das besprochene Kontrollorgan eine hinreichend genaue Nachbildung der erwähnten Ablenkabhängigkeiten darstellt.

## II. Hochspannungsanlagen großer Spannungskonstanz.

In vorausgegangenen Kapiteln wurde nachgewiesen, daß die zum Betrieb von magnetischen Elektronenmikroskopen vorgesehene Hochspannung höchstens im Verhältnis  $10^{-4}$  bzw.  $10^{-3}$  (je nach der Größe der wirksamen Objektivöffnung) während der Scharfstell- und Aufnahmeperiode schwanken darf, wenn die Grenzen für das Auflösungsvermögen dieser Instrumente erreichbar bleiben sollen. Diese weitgehende Forderung läßt sich für Belichtungszeiten über etwa 10 s nur durch spezielle Hochspannungsanlagen erfüllen, auf die in den folgenden Zeilen eingegangen werden soll. Auf die ausführliche Mitbesprechung der für Belichtungszeiten unter etwa 10 s und für den Betrieb elektrostatischer Elektronenmikroskope fast stets ausreichenden normalen Hochspannungsanlagen wird dagegen verzichtet, weil hier Schaltungen und nur wenig abgewandelte Einheiten der Röntgentechnik in der Regel genügen.

### 1. Die wichtigsten Wege zur Erzeugung gleichbleibender Hochspannungen.

Die *Stromentnahme aus Hochspannungsbatterien*, die ausreichende Konstanz sichern würde, kommt wegen der großen Kosten für Errichtung und Wartung der Batterien im allgemeinen nicht in Frage. Ein zweckmäßigerer Weg für Stromentnahme aus Batterien besteht darin, einen rückgekoppelten Röhrensender mittlerer Leistung aus Batterien zu betreiben und dann die *Hochspannung durch Gleichrichtung der durch einen Tesla-Transformator erzeugten Spannung* zu erzielen. Diese Methodik hat den Vorteil, daß wegen der hohen Schwingungszahl der gleichzurichtenden Spannung schon Beruhigungskapazitäten von der Größenordnung von 1000  $\mu\text{F}$  bei den in Frage kommenden Stromentnahmen eine Glättung von  $10^{-4}$  ergeben.

Da der Gesamtleistungsverbrauch der Anlagen in der Regel einige 100 W beträgt, wird als Endziel der Stromquellenentwicklung stets ein unmittelbarer Betrieb der Anlage aus dem Lichtnetz anzusehen sein.

Das normale *Lichtnetz* ändert bekanntlich seine Spannung bis zu Beträgen von  $\pm 10\%$ . Um die eingangs erwähnte Spannungskonstanz zu erreichen, müssen daher zwischen Lichtnetz und Verbraucher Einrichtungen geschaltet werden, die im Endergebnis die Schwankungen auf bis etwa  $1/1000$  herabsetzen.

Neben den Lichtnetzwankungen sind bei fast allen Hochspannungsanlagen auch bei absolut konstant gehaltener Primärenergie Schwankungen durch thermische Einflüsse in den Transformatoren- und Gleichrichterröhren,

durch Änderungen der Isolationswiderstände und ähnliche Einflüsse gegeben. Diese Schwankungserscheinungen, die also durch eine Gleichhaltung der Primärenergie nicht angeglichen werden können, erfolgen, wie auch aus ihrer Entstehungsursache hervorgeht, stets sehr langsam, so daß bei Vorhandensein einer geeigneten Indikatoreinrichtung eine Ausgleichsregelung dieser Schwankungen von Hand mühelos gelingt (s. S. 200). Eine weitere typische Ursache für Schwankungserscheinungen ist durch Neigung zu Sprüh- und Glimmentladungen gegeben, die daher unbedingt beim Aufbau der Hochspannungsanlage zu vermeiden sind. Durch Wahl genügend großer Beruhigungskapazitäten läßt sich die maximale Geschwindigkeit aller dieser Schwankungen stets soweit verringern, daß die erwähnte Ausgleichsregelung von Hand gelingt.

Daneben ist jedoch auch mit *Schwankungserscheinungen im Verbraucher* zu rechnen, die über den inneren Widerstand der Hochspannungseinrichtung, der durch den Betrag der Sicherheitswiderstände erhöht wird, zur Auswirkung kommen. Diese Schwankungen können, beispielsweise bei Neigung zu Ent-

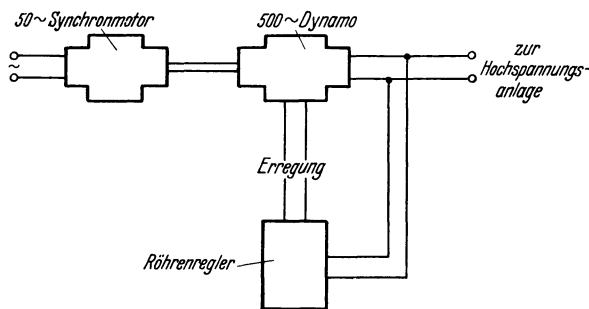


Abb. 160. Prinzipschema einer Generatoranlage mit Röhrenregler zur Herstellung konstanter Primärenergie.

Belichtungszeiten ergeben sich Änderungen der Stromentnahme durch die Abnutzung der Kathoden. Die hierdurch verursachten langsamen Schwankungen bedingen eine Grenze, die nur durch eine Ausgleichsregelung mit Hilfe einer Indikatoreinrichtung höchster Genauigkeit überwunden werden kann. Damit diese Ausgleichsregelung einfach und leicht bedienbar bleibt, empfiehlt es sich, die Schwankungserscheinungen bei der Hochspannungsanlage selbst, insbesondere durch Konstanthalten der Primärenergie auf unter 1% herabzudrücken.

Zur *Konstanthaltung der Primärenergie* bestehen verschiedene Wege. Ein Weg hierzu, der in größeren Forschungsinstituten auch für die Zwecke der Röntgenbeugungsanlagen und Elektronenbeugungsanlagen angewendet wird, ist in Abb. 160 veranschaulicht<sup>1</sup>. Die gezeichnete Anordnung geht von der bekannten Tatsache aus, daß die Frequenzschwankungen eines Wechselstromnetzes stets etwa um eine Größenordnung kleiner sind als die Spannungsschwankungen. Durch Antrieb des als eigentliche Energiequelle dienenden Dynamos über einen Synchronmotor wird hiernach die Schwankungsamplitude ungefähr auf  $\frac{1}{10}$  herabgesetzt. Der weitere Ausgleich der Netzspannungsschwankungen erfolgt mit Hilfe des angedeuteten Röhrenreglers (beispielsweise Bauart Siemens & Halske), der die Erregung des Dynamos aus seiner Klemmenspannung steuert. Schnelle Schwankungen werden auf diese Weise in ausreichendem Maße abgeschwächt. Sehr langsame, in der Regeleinrichtung selbst begründete Schwankungen, die durch die Ausgleichsregelung an anderer Stelle ausgeschaltet werden

<sup>1</sup> BARTEL, H.: Über die Konstanthaltung von Hochspannungsanlagen. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 8 S. 235.

können, sind auch bei diesem Wege, beispielsweise durch Schwankungen der Spannung der Kompensationsbatterie des Röhrenreglers, gegeben.

Ein weiterer Weg zur Abschwächung der Netzspannungsschwankungen auf  $10^{-2}$  bis  $10^{-3}$  ihres ursprünglichen Betrages besteht in der Anwendung eines oder mehrerer in Serie geschalteter und genau an die Hochspannungsanlage angeglichener *magnetischer Gleichhalter*. Dieser Weg hat zur Voraussetzung, daß die elektrischen Daten des Verbrauchers nahezu gleichbleiben, eine Bedingung, die bei Elektronenmikroskopen fast immer erfüllt ist. Er hat den großen Vorteil, daß bei ihm rotierende Teile, Hilfsbatterien und Verstärkerröhren völlig vermieden sind. Die Wartung und Bedienung der einmal abgeglichenen Anlage ist daher bei Anwendung der magnetischen Gleichhalter besonders einfach.

Die *Grundschialtung* eines *magnetischen Gleichhalters*<sup>1</sup> ist in Abb. 161 wiedergegeben. Als Steuerglied dient eine gesättigte Eisendrossel. Diese Drossel liegt im Querzweig eines *T*-Gliedes, dessen Längszweig eine Luftspaltdrossel mit Kompensationswicklung enthält. Entsprechend dem Verlauf der Magnetisierungskurve des Eisens ändert sich der von der Drossel aufgenommene Blindstrom im Sättigungsgebiet bei kleinen Änderungen der Spannung sehr stark. Die Schaltung ist nun so bemessen, daß sich bei Schwankungen der Netzspannung die übrigen Teilspannungen nur wenig dem Betrage nach, sehr stark aber in ihrer Phasenlage zueinander ändern, und zwar derart, daß die geometrische Summe der Spannung am Querzweig und an der Kompensationswicklung der Luftspaltdrossel als Verbraucherspannung konstant bleibt. Die Phase wird gesteuert durch den Blindstrom des Querkreises. Damit sich dieser Blindstrom bei kleinen Schwankungen der Querspannung stark ändert, so daß sich die Spannungen um große Phasenwinkel drehen, liegt parallel zur Steurdrossel eine Kapazität, die gleichzeitig zur Kompensation der Blindleistung und zur Verringerung der Kurvenverzerrung dient.

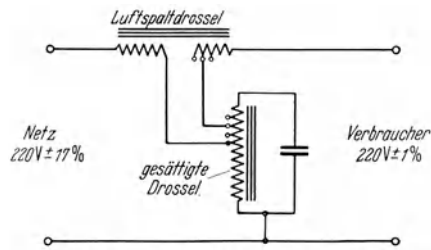


Abb. 161. Schaltbild eines magnetischen Gleichhalters.

Die *Genauigkeit der Spannungsregelung* hängt von der Art der Belastung ab. Sie ist bei Wirklast am größten und wird bei gemischter Last mit wachsendem Phasenwinkel geringer. Bei der in der Zeichnung angegebenen Netzspannungsschwankung bleibt bei Wirklast die Verbraucherspannung auf mindestens  $\pm 0,5\%$ , bei gemischter Last (bis  $\cos \varphi = 0,8$ ) auf mindestens  $\pm 1\%$  konstant. Die große Heizleistung der Gleichrichterröhren sorgt bei den Elektronenmikroskopanlagen in der Regel dafür, daß die Phasenlage sich mehr dem günstigsten Fall reiner Wirklast annähert. Meist genügt somit die Regelgenauigkeit eines einzigen handelsüblichen Gleichhalters, um die Netzspannungsschwankungen so einzuzebnen, daß sie im Pegel der schon besprochenen unvermeidlichen Schwankungen der Gesamtanlage untergehen.

Eine einfache aus Röntgenbauteilen zusammengesetzte *Schaltung zur Hochspannungserzeugung*, die in Verbindung mit größeren Gleichhaltertypen für den Betrieb von Elektronenmikroskopen recht geeignet ist, zeigt Abb. 162. Durch ein Widerstandskapazitätsglied von hoher Zeitkonstante wird für Stromentnahmen unter  $10^{-3}$  A die 50-Perioden-Restspannung unter  $10^{-4}$  der Gleichspannung gesenkt. Damit der Beruhigungswiderstand die während der Ein- und Ausschaltperioden entstehenden hohen Spannungsdifferenzen aushält, ist er

<sup>1</sup> GREINER, R.: Über einen magnetischen Netzspannungsregler. ETZ Bd. 57 (1936) Heft 18 S. 489.

zweckmäßig aus einer Widerstandskette zu bilden. Zwei Glieder einer solchen Kette, die auch zum Bau von Spannungsteilern für elektrostatische Linsen geeignet sind, zeigt Abb. 163.

Um Zerstörungen der Beschleunigungsstufen der Elektronenmikroskope bei Gasausbrüchen zu vermeiden und zugleich um die Gefährlichkeit der Anlage herabzusetzen, ist bei allen Hochspannungsanlagen ein *Sicherheitswiderstand*

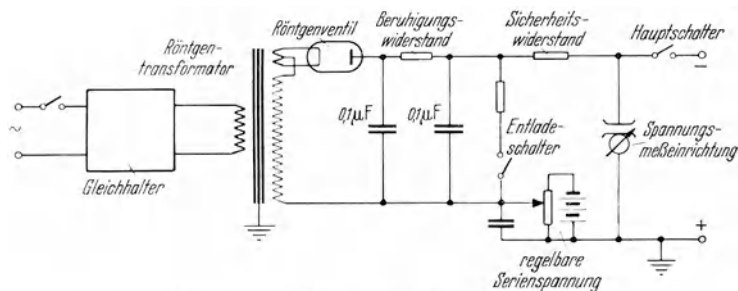


Abb. 162. Schaltung einer Anlage zur Erzeugung konstanter Hochspannung.

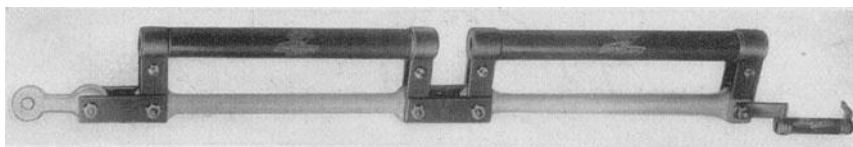


Abb. 163. Glieder einer Widerstandskette für den Bau von Hochspannungsteilern, Beruhigungswiderständen und Sicherheitswiderständen.

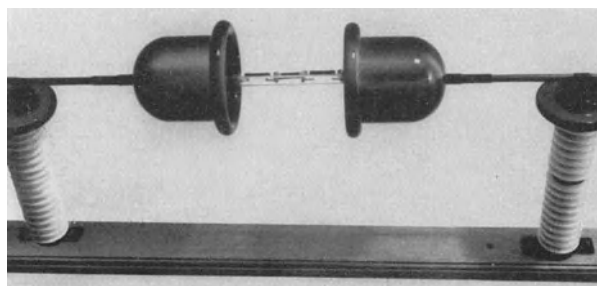


Abb. 164. Sicherheitswiderstandskette mit Sprühschutzkappen.

vorzusehen, der wieder aus der Reihenschaltung einer größeren Anzahl Schwachstromwiderstände gebildet werden kann. Die konstruktive Ausführung eines solchen Sicherheitswiderstandes mit Sprühschutzkappen geht aus der Photographie Abb. 164 hervor.

Zwei in der Nähe des Verbrauchers anzuordnende Hochspannungsschalter sind in Abb. 162 eingezeichnet, um die Spannung für die Elektronenanlage momentan wegnehmen zu können oder um die Kapazitäten der Hochspannungsquelle über einen Verzögerungswiderstand zu entladen. Zum Ausgleich der verbliebenen langsamen Schwankungen ist in Reihe mit der Hochspannung eine veränderliche Hilfsgleichspannung vorgesehen, deren Betrag in Verbindung mit der Ablesung des Hochspannungsvoltmeters bzw. der im letzten Kapitel beschriebenen Einrichtung von Hand geregelt wird.

Fast stets liegen bei Elektronenmikroskopen die Kathoden auf Hochspannung gegen Erde. Der *Heizstrom für die Kathoden* wird daher entweder über die den Heiz-

daten angepaßte Wicklung eines Isoliertransformators oder aus einem isoliert in einem Sprühschutzgehäuse gemäß Abb. 165 aufgestellten Akkumulator bezogen.

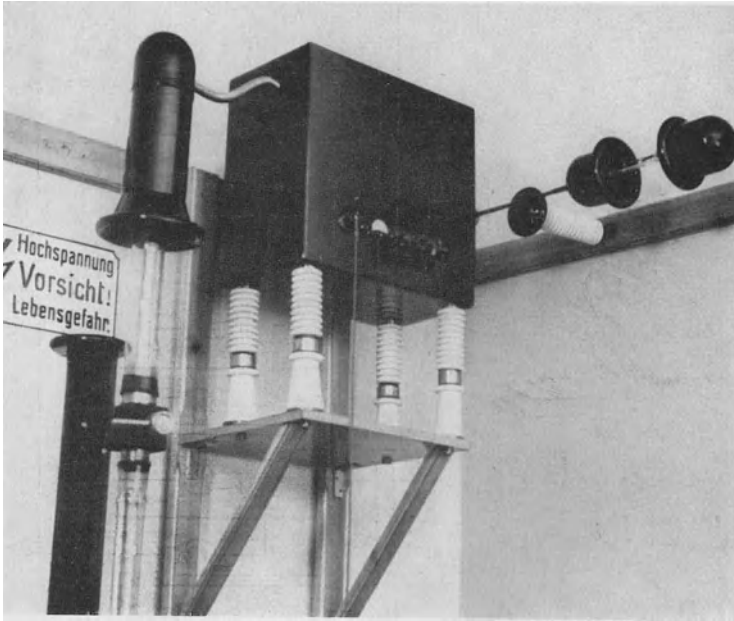


Abb. 165. Aufstellung eines Akkumulators zur Speisung der Kathode in einem Sprühschutzgehäuse.

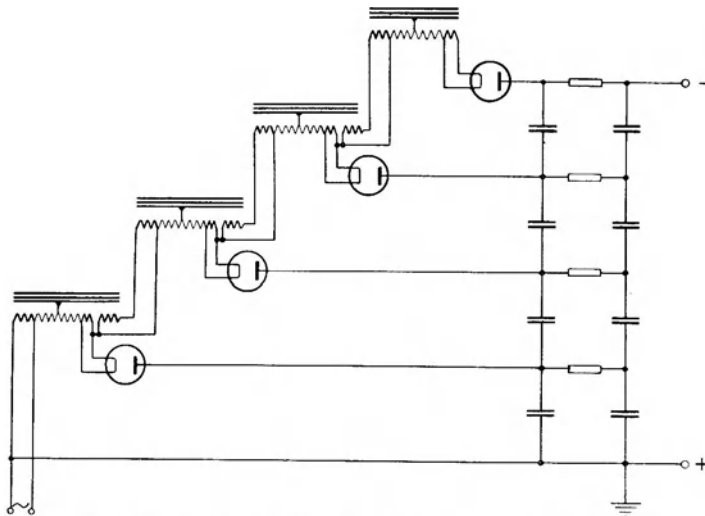


Abb. 166. Schaltung zur Erzeugung besonders hoher Spannungen.

Für Spannungen über  $10^5$  V kommt eine Reihe von Schaltungen der Hochspannungs-<sup>1</sup> und Höchstspannungstechnik<sup>2</sup> in Frage. Gut geeignet sind Schaltungen nach Art der Abb. 166, bei denen eine Anzahl gleichartiger Einheiten

<sup>1</sup> Vgl. z. B. F. KIRCHNER: Allgemeine Physik der Röntgenstrahlen. Handbuch der Experimentalphysik, Bd. 24/1. Leipzig: Akad. Verlagsgesellschaft 1930.

<sup>2</sup> Vgl. A. BOUWERS: Elektrische Höchstspannungen. Berlin: Julius Springer 1939.



aufeinander aufgestockt werden können, ohne daß die Spannungsbelastung der einzelnen Einheit zunimmt. Die Aufstockmethode ist besonders bei Systemen

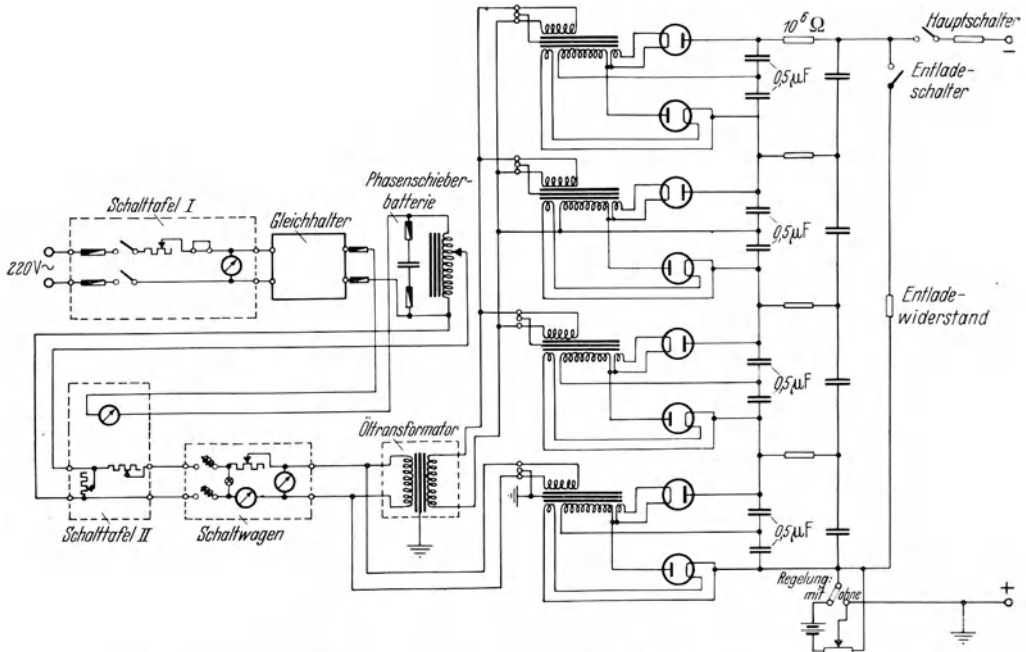


Abb. 167. Gesamtschema einer Hochspannungsanlage mit Gleichhalter und Dessauer-Schaltung.

mit unterteilten Beschleunigungsstufen und auch bei Mikroskopen mit elektrostatischen Linsen empfehlenswert, da die gegebenenfalls erforderlichen Teilspannungen leichter abgreifbar sind. Eine Anlage mit mehreren in Reihe

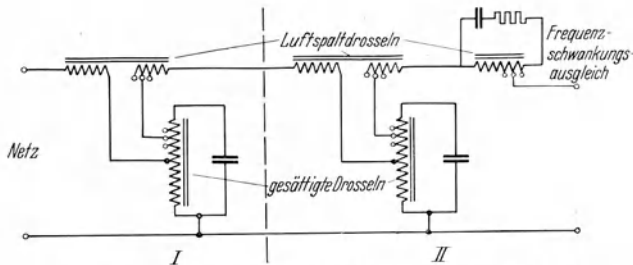


Abb. 168. Reihenschaltung zwei magnetischer Gleichhalter mit Frequenzschwankungsausgleich.

geschalteten Einheiten, die sich im Laboratorium des Verfassers bei Belichtungszeiten bis zu 2 h gut bewährt hat, soll im folgenden Abschnitt, um ein weitergehendes Ausführungsbeispiel zu geben, näher besprochen werden.

## 2. Schaltung, Ausführung und Ergebnisse einer Anlage mit magnetischen Gleichhaltern.

Das Gesamtschema einer Hochspannungsanlage mit magnetischem Gleichhalter und Dessauer-Schaltung vermittelt Abb. 167. Die bekannten, sehr großen, langsamen Netzspannungsänderungen, die besonders in den Abendstunden zu

beobachten sind, werden durch die Schalttafel I von Hand ausgeregelt. Der hier gezeichnete Spannungsmesser arbeitet mit unterdrücktem Nullpunkt und hat einen Meßbereich von 200 bis 220 V. Durch den Schiebewiderstand der Schalttafel I wird die Klemmenspannung ungefähr in dem Bereich 208 bis 212 V gehalten. Auf die Schalttafel I folgen ein bzw. zwei hintereinandergeschaltete

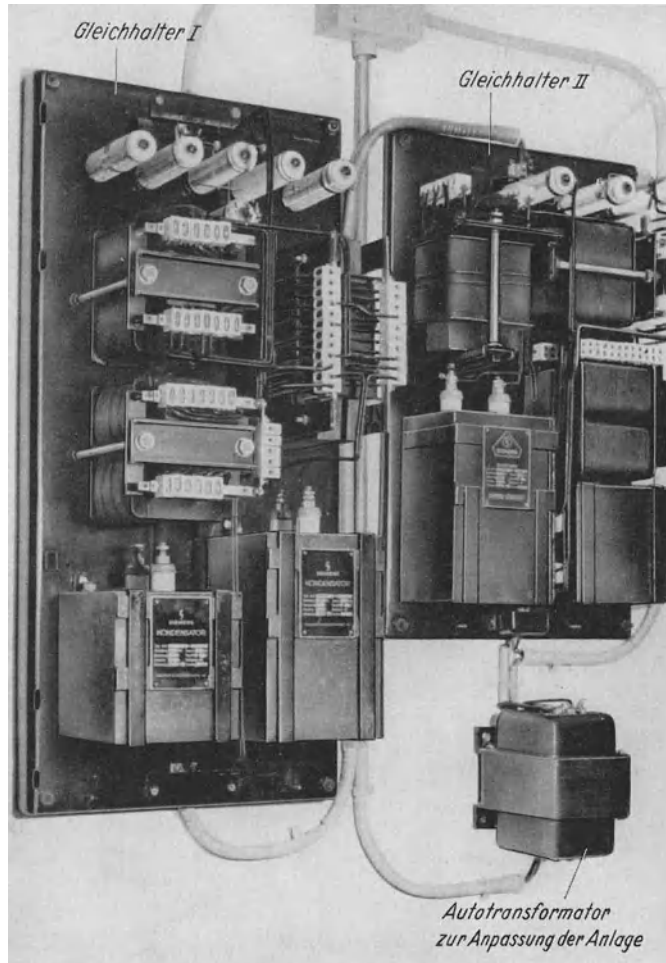


Abb. 169. Innenansicht von zwei in Serie geschalteten Gleichhaltern.

und in der Leistung aufeinander abgestufte magnetische Gleichhalter. Einzelheiten der Schaltung dieser Gleichhalter finden sich in Abb. 168, während die Innenansicht der beiden Einheiten durch Abb. 169 veranschaulicht wird. Durch Feinabgleich einiger Dimensionierungen in den Gleichhaltern (Kompensationswicklung der ersten Luftspaltdrossel und Frequenzglied) empfiehlt es sich, nach Inbetriebnahme der Hochspannungsanlage die Gleichhalter an die letztere anzupassen, um eine besonders geringe Abhängigkeit der Hochspannung von Spannungs- und Frequenzschwankungen des Lichtnetzes zu erreichen. Die Gleichhalter ergeben besten Schwankungsausgleich dann, wenn der Strom des Verbrauchers einen dem günstigsten Arbeitspunkt entsprechenden Wert aufweist.

Soll die Anlage mit verschiedenen Belastungen durch die Hochspannungsanlage betrieben werden, so wird eine Lastausgleichsschaltung notwendig, die in Abb. 167 durch einen Autotransformator in Verbindung mit der Widerstandskombination der Schalttafel II gebildet wird. Die Tatsache des richtigen Ausgleiches wird durch das Strommeßinstrument der Schalttafel II kontrolliert. Zur Einstellung eines bestimmten Spannungswertes der Hochspannungsanlage dienen Widerstände in dem Schaltwagen. Gleichzeitig befindet sich im Schaltwagen der Einschalter für die Hochspannungsanlage mit Überspannungsautomat.

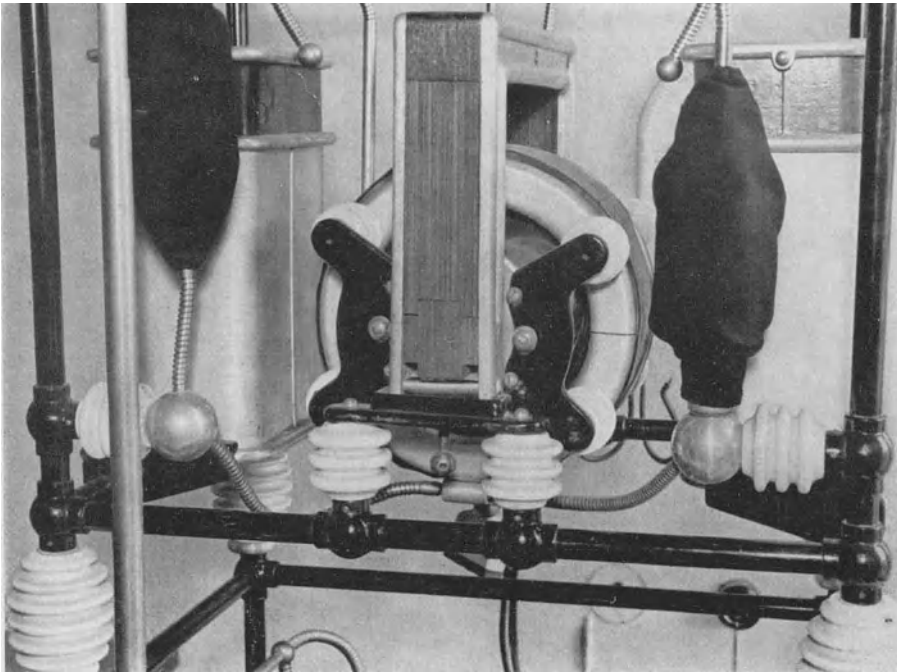


Abb. 170. Blick auf dem Transformatorteil eines Hochspannungselementes für Dessauer-Schaltung mit abgedunkelten Gleichrichterröhren.

Die etwas komplizierte Schaltweise der Anordnung Abb. 167 folgt zum Teil daraus, daß es sich mit Rücksicht auf das starke magnetische 50-Perioden-Streufeld der magnetischen Gleichhalter als zweckmäßig erwies, die letzteren mehr als 30 m vom elektronenmikroskopischen Laboratorium entfernt aufzustellen. Auch das *magnetische Streufeld der Hochspannungsanlage* verlangt eine entfernte Aufstellung der letzteren von der Elektronenmikroskopanlage. Hochspannungstransformatoren mit den großen isolierenden Zwischenräumen zwischen den Wicklungen ergeben fast zwangsläufig starke Streufelder. Einen Blick auf den Transformatorteil eines Elementes der besprochenen Hochspannungsanlage vermittelt die Photographie Abb. 170. Durch den Kunstgriff, bei dem Gesamt-aggreat stets eine geradzahlige Anzahl von Hochspannungselementen zu verwenden, wird es möglich, jeweils die Wicklungen zweier Elemente gegeneinander zu schalten und somit für alle Abstände, die groß gegen die Elementabstände sind, das *Streufeld zu kompensieren*. Hierdurch wird es möglich, das Hochspannungsaggreat im gleichen Raume wie die Elektronenanlage aufzustellen, ohne daß der Abschirmaufwand am Mikroskop gesteigert werden muß.

Die Gesamtansicht des Hochspannungsaggregates mit Schaltwagen und Beruhigungskapazitäten zeigt die Photographie Abb. 171. Vier Elemente gestatten in der Ausführung von E. Leybolds Nachfolger, Köln, den Spannungsbereich bis zu  $10^5$  V zu überdecken.

Um Schwankungserscheinungen durch Änderungen der Isolationsverhältnisse der Kapazitäten auszuschalten, sind besonders gut isolierte Hochspannungs-

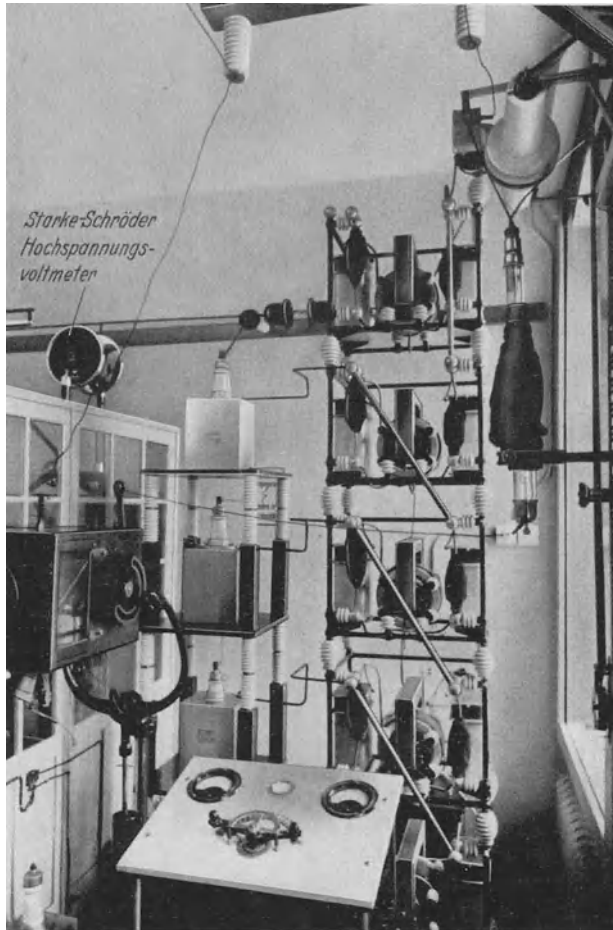


Abb. 171. Gesamtansicht des Hochspannungsaggregates.

kondensatoren für diese Anlagen eingesetzt worden, deren Isolationsströme bei ihrer maximalen Betriebsspannung in der Größe von nur  $5 \cdot 10^{-6}$  A liegen. Die Zeitkonstante der unbelasteten Hochspannungsanlage liegt bei etwa einer Stunde.

Zur Charakterisierung der Eigenschaften der beschriebenen Hochspannungsanlage wurde eine Reihe Messungen unter den der Praxis entsprechenden Belastungsverhältnissen durchgeführt. Messungen über die Abhängigkeit der Hochspannung von dem Netzspannungswert vor und nach dem oben erwähnten Feinabgleich der magnetischen Regler vermittelt Abb. 172. Die Kurvenwerte wurden in der Weise gewonnen, daß die Primärspannung durch Regelung von Hand

mindestens immer so lange auf dem zugeordneten Spannungswert gehalten werden, bis sich stationäre Spannungsverhältnisse am Ausgang der Kondensatorkette ausgebildet hatten.

Ein Durchschnittsbeispiel der zeitlichen Änderung des Hochspannungswertes in einem Zeitraum von 25 min vermittelt die Messung Abb. 173. Aus ihr geht

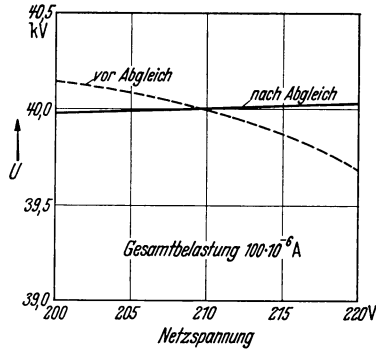


Abb. 172. Messung über die Abhängigkeit der Hochspannung von der Netzspannung.

hervor, daß alle verbliebenen Schwankungen stets sehr langsam erfolgen und daß ferner die Nachregelung von Hand bei Vorhandensein einer hinreichend genauen Meßeinrichtung eine Spannungs Konstanz von etwa  $2 \cdot 10^{-4}$  sichert. Die Teilspannung zur Nachregelung liegt auch in Abb. 167 auf der Erdseite in Reihe mit der Hochspannungsquelle. Die Gleichspannung der Potentiometerbatterie wird etwas größer gewählt als die voraussichtliche Spannungsänderung während der Betriebszeit, also beispielsweise 500 V bei Zugrundelegung der Messung Abb. 173.

Reicht die Serienregelung nicht mehr aus, so genügt die Betätigung des Fein- oder Grobreglers des Schaltbrettes in Abb. 167, um die Hochspannung in den durch die Serienregelung erfaßten Bereich zurückzubringen.

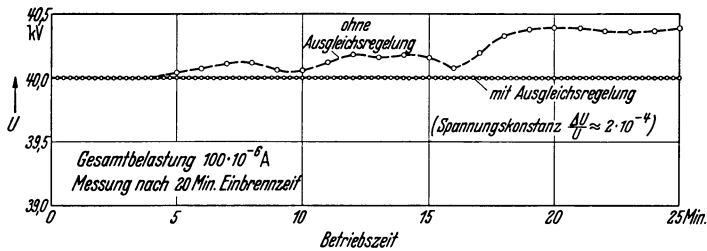


Abb. 173. Beispiel der zeitlichen Änderung des Hochspannungswertes ohne und mit Serienausgleichsregelung.

Voraussetzung für die Einregelung auf bestimmte Spannungswerte und für die Konstanzhaltung dieser Werte auf fast  $10^{-4}$  ist das Vorhandensein einer Meßeinrichtung, die die erforderliche extreme Genauigkeit aufweist. In Verbindung mit der im Abschnitt H I 2 besprochenen Meßeinrichtung ist es bei der beschriebenen Anlage gelungen, die erforderlichen Spannungs Konstanz über Zeiträume von Stunden aufrechtzuerhalten und bestimmte Spannungswerte bzw.  $U/i^2$ -Werte jederzeit mit der für elektronenmikroskopische Zwecke notwendigen Genauigkeit wieder herzustellen.

# J. Die praktische Ausführung des Elektronenmikroskopes.

## I. Die Dimensionierung.

Die Dimensionierung eines Elektronenmikroskopes läuft zunächst darauf hinaus, die *Betriebsanodenspannung* und die *Daten des Objektivs* festzulegen. Die Ermittlung der entsprechenden Daten besteht darin, daß jene Betriebsverhältnisse berechnet werden, bei denen die wichtigsten Abbildungsfehler ungefähr gleiche Größe annehmen. Durch diese Fehleranpassung wird ein günstigstes Auflösungsvermögen erreicht. Da ein Teil der Abbildungsfehler von den Objektdateen abhängt, läßt sich eine *günstigste Dimensionierung immer nur für ein ganz bestimmtes Objekt* angeben, solange nicht, wie bei Objekten extrem geringer Massendicke, der Einfluß der durch Elektronenstreuung im Objekt verursachten Abbildungsfehler hinter die übrigen Abbildungsfehler zurücktritt. Die verschiedenen Massendicken der Objekte zugeordnete günstigste Bemessung eines Elektronenmikroskopes läßt sich in einfacher Weise aus mehreren, für verschiedene Anodenspannungen berechneten Darstellungen nach Art der Abb. 47 finden. Die zuletzt genannte Abbildung gilt für einen Anodenspannungswert von 60 kV, der, wie aus den Schnittpunkten der verschiedenen Geraden hervorgeht, hiermit einer Massendicke des Objekts von etwa  $5 \cdot 10^{-5} \text{ g} \cdot \text{mm}/\text{cm}^3$  harmonisiert. Objekte dieser Massendicke entsprechen etwa den dünnsten, praktisch vorkommenden Objekten auf Trägerfolien, denn die Massendicke der dünnsten Trägerfolien liegt bereits in der Größenordnung  $10^{-5} \text{ g} \cdot \text{mm}/\text{cm}^3$ . Für Objekte mit noch kleinerer Massendicke, z. B. für die Wiedergabe von ohne Trägerfolie in den Strahlengang gebrachten Objekten mit Silhouettencharakter kann grundsätzlich mit geringerer Anodenspannung als 60 kV gearbeitet werden. Dann rückt bei der Darstellung Abb. 47 die Gerade des Beugungsfehlers nach oben, während die Kurvenschar des Öffnungsfehlers sich nach unten verlagert, weil für kleinere Elektronengeschwindigkeiten kürzere Objektivbrennweiten realisierbar werden. Der Schnittpunkt der beiden gegenläufigen Fehlergeraden rückt im wesentlichen nur etwas in Richtung größerer  $D/f$ -Werte; die Grenze des Auflösungsvermögens ändert sich kaum.

Ist das Instrument in erster Linie für die Untersuchung von Objekten größerer Massendicke (beispielsweise  $10^{-3} \text{ g} \cdot \text{mm}/\text{cm}^3$  bei Mikrotomschnitten) bestimmt, so sind Anodenspannungen über 60 kV günstiger, bei denen die Beugungsfehlergerade und die Gerade des chromatischen Fehlers tiefer, dagegen die Kurvenschar des Öffnungsfehlers höher liegt als in der Darstellung Abb. 47. Der Schnittpunkt der verschiedenen Fehlergeraden verschiebt sich im letzteren Falle in erster Linie in Richtung kleinerer  $D/f$ -Werte.

Für den Durchschnittstyp der heutigen übermikroskopischen Objekte und für die Daten einer schon recht guten Objektivlinse ( $C = 3, f = 3 \text{ mm}$ ) gelten die stark ausgezogenen Geraden der Abb. 47.

Bei den vorstehenden Betrachtungen ist es unwesentlich, ob die angenommenen Objektivdaten mit einem *elektrostatischen* oder mit einem *magnetischen Objektiv* erreicht sind, nur ist bei der Auswertung der Kurvenscharen nach Art der Abb. 47 zu beachten, daß für elektrostatische Objektive die Fehlergeraden des chromatischen Fehlers um einen Faktor 2 günstiger liegen.

Bei Objekten größerer Massendicke ist die Anwendung möglichst hoher Beschleunigungsspannungen (z. B. 300 kV bei einer unten erwähnten Konstruktion des Verfassers) nicht nur im Hinblick auf die durch Abb. 47 erfaßten Fehler von höchster Bedeutung, sondern vor allen Dingen weil der dann meist den Bildeindruck bestimmende Fehler durch räumliche Elektronenstreuung stark abnimmt (z. B. auf etwa 1:5 bei Steigerung der Spannung von 60 auf 300 kV).

Aus den besprochenen Gedankengängen folgen für ein vorausgesetztes Durchschnittsobjekt und für eine vorausgesetzte Linsengüte ( $C$ ) die *Anodenspannung*, die mit ihr verknüpfte *Grenzbrennweite* des Objektivs und der *Durchmesser* der reellen *Blende des Objektivs* und schließlich das für die weitere Dimensionierung des Instruments überaus wichtige *Auflösungsvermögen*.

Die weitere Bemessung des Instruments hängt von dem *Auflösungsvermögen des Endbildes* ab, das die elektronenoptische *Gesamtvergrößerung* des Instruments festlegt. Solange die Objektbelastung und die Belichtungszeit keine wesentliche Rolle spielt, wird man auf Kosten dieser das Auflösungsvermögen des Endbildes dem Auflösungsvermögen des menschlichen Auges (0,1 mm) anpassen und hierdurch erreichen, daß alle Einzelheiten der erzielten Bilder ohne optische Nachvergrößerung gesehen werden können. Für 0,1 mm Auflösungsvermögen des Endbildes und  $10^{-6}$  mm Auflösungsvermögen des Mikroskopes ergibt sich eine  $10^5$ fache lineare Gesamtvergrößerung des Instruments.

Bestehen in Objektbelastung und Belichtungszeit keine Reserven, so ist das Auflösungsvermögen des Mikroskopendbildes etwa gleich dem Auflösungsvermögen der benutzten Elektronenindikatoren (Größenordnung  $10^{-2}$  mm und darunter; vgl. die Abschnitte E II und E III) zu wählen. Die elektronenoptische Gesamtvergrößerung sinkt dann auf  $10^4$  und darunter.

Gesamtvergrößerungen von  $10^4$  bis  $10^5$  sind bei den Brennweiten üblicher Elektronenobjektive mit einer Instrumentenbaulänge von 1 bis 2 m nur zu erreichen, wenn die Gesamtvergrößerung auf *zwei Vergrößerungsstufen* aufgeteilt wird. Im Hinblick auf die Tatsache, daß die Mehrzahl der Abbildungsfehler der Objektivbrennweite proportional ist, wird diese *Aufteilung stets so vorzunehmen sein, daß beim Objektivsystem mit möglichst kurzer Brennweite gearbeitet wird*. Der Abgleich der Vergrößerung bei gegebener Baulänge kann einfach durch Regelung der Projektionslinsenbrennweite bewirkt werden.

Wenn der Hauptanteil an der Gesamtvergrößerung in der ersten Vergrößerungsstufe liegt, so entspricht die Zwischenbildvergrößerung gerade stärkeren Vergrößerungsstufen des Lichtmikroskopes; gleichzeitig nimmt der Maßstabsunterschied von Zwischenbild und Endbild ab. Beide Tatsachen erleichtern sehr das Auffinden und Einstellen bestimmter Objektbereiche.

Die geometrischen *Abmessungen des Endbildes* sind durch konstruktive Forderungen bei der Herstellung der Vakuumkamera und durch das Auflösungsvermögen der photographischen Schicht ziemlich festgelegt. Um zu ansehnlichen Bildern zu gelangen, sollte der Bildfelddurchmesser nicht kleiner sein als der 1000fache Wert des Endbildauflösungsvermögens. Für den oben besprochenen Fall der unmittelbaren Bildbetrachtung bedeutet dies Plattenformate von etwa  $9 \cdot 12$  cm, die bereits zu unhandlichen Schleusenkonstruktionen führen. Für Bildauswertung mit optischer Nachvergrößerung (bindemittelfreie Schichten) ergeben sich entsprechend Mindestbildfelddurchmesser von nur 10 mm, die schon bei den kleinsten Plattenformaten die Herstellung von Reihenbildern zulassen.

Die Längenabmessungen des *Gesichtsfeldes in der Objektebene* ergeben sich aus Division der Endbildabmessungen durch die lineare Vergrößerung. Eine

Grenze für den mit *Hellfeld* erfaßbaren Objektausschnitt ist durch die Größe der Aperturblende des Objektivs gegeben. Praktisch ist bei den gegebenen nahezu parallelen Strahlenverläufen der *größte Durchmesser des Gesichtsfeldes gleich dem Durchmesser der Aperturblende*, das heißt bei den kleinsten Blenden kurz-brennweitiger Objektive in der Größenordnung weniger tausendstel Millimeter. Diese Begrenzung ist beim Endbild dann ohne praktische Bedeutung, wenn eine dem Auflösungsvermögen entsprechende Instrumentenvergrößerung vorgesehen wird. Bei der Zwischenbildbeobachtung kann die Gesichtsfeldverkleinerung dadurch praktisch umgangen werden, daß das Zwischenbild nur als Dunkelfeldbild betrachtet wird. Hierbei ist es zweckmäßig, die Durchtrittsöffnung im Zwischenbildschirm so groß zu wählen, daß kein Teil des Hellfeldbildes auf den Zwischenbildschirm gelangt. Bei dieser Betriebsweise besitzen Zwischenbild und Endbild etwa die gleiche Helligkeit.

Die genannten Gesichtsfelddurchmesser sind noch klein gegenüber den ausnutzbaren Durchmessern der Objektpräparate, das heißt den Bohrungsdurchmessern der Objektträgerblenden, so daß eine Einrichtung zur Objektverschiebung unbedingt notwendig ist, um bei höchstem Auflösungsvermögen den ganzen Objektausschnitt erfassen zu können.

Die Anforderungen an die Linsengüte der *Projektionsoptik* sind außerordentlich gering, weil hier die wirksame Apertur der abbildenden Strahlung um den Vergrößerungsfaktor der Objektivlinse kleiner ist als die bereits sehr kleine Objektivapertur. Bei der Bemessung der Projektionslinse ist lediglich darauf zu achten, daß durch ihre Blende noch keine Begrenzung des durch die Größe der photographischen Platte erfaßten Gesichtsfeldes eintritt. Die Blende selbst dient lediglich dazu, eine Verzeichnung des Endbildes durch Mitausnutzung der Randzonen des Projektionslinsenfeldes zwangsläufig auszuschließen.

Für die Dimensionierung des *Kondensorsystems* ist theoretisch nur der Aperturwert von wesentlicher Bedeutung. Dieser muß gleich oder bei Berücksichtigung der Elektronenstreuung in einer Trägerfolie noch kleiner sein als die ausgenutzte Objektivapertur. Um die Schwierigkeiten bei der Herstellung und Zentrierung der Aperturblende, die Schwierigkeiten der Justierung und konstruktive Schwierigkeiten bei der Eingliederung des Kondensorsystems in das Gesamtinstrument zu verringern, wird allgemein bei dem Kondensorsystem eine Optik längerer Brennweite (etwa 10 cm) benutzt. Da der vom Kondensor abgebildete Querschnitt des Strahlerzeugungssystems in der Größenordnung 0,1 mm liegt und der Durchmesser der Bohrungen von Objektträgerblenden höchstens diesen Wert erreicht, empfiehlt es sich, von einer Vergrößerung im Kondensorsystem Abstand zu nehmen, da hierdurch nur die Wattbelastung der Objektträgerblende zunehmen würde. Praktisch empfiehlt es sich, mit Abbildungsmaßstäben von 1 : 1 bis 1 : 2 zu arbeiten.

Die Ausführungen in diesem Kapitel geben insbesondere im Zusammenhang mit den sehr viel weiter gehenden Mitteilungen in den vorausgegangenen Abschnitten des Buches alle wesentlichen Unterlagen für die Bemessung des elektronenoptischen Systems von Elektronenmikroskopen für Durchsichtbeobachtung. In diesem Zusammenhang bedarf es wohl kaum eines Hinweises, daß bei Instrumenten für Forschungszwecke, wo der Anodenspannungswert, die Objektdaten, die Vergrößerung, die Beleuchtungsart, die Linsenkonstruktion und andere Größen in weitesten Grenzen geändert werden, eine gewisse Reserve bei der Wahl der Linsenabstände, die die Baulänge des Gesamtinstrumentes festlegen, ratsam ist. Für Instrumente der Praxis, die auf ganz bestimmte Arbeitsverhältnisse zugeschnitten sind, kann auf solche und ähnliche Reserven verzichtet und der Schwerpunkt auf bequeme Bedienung gelegt werden.



## II. Die Gesamtkonstruktion.

Im Rahmen dieses Abschnittes soll darauf verzichtet werden, die verschiedenen historischen Instrumente, so wichtig sie auch für die Entwicklung der

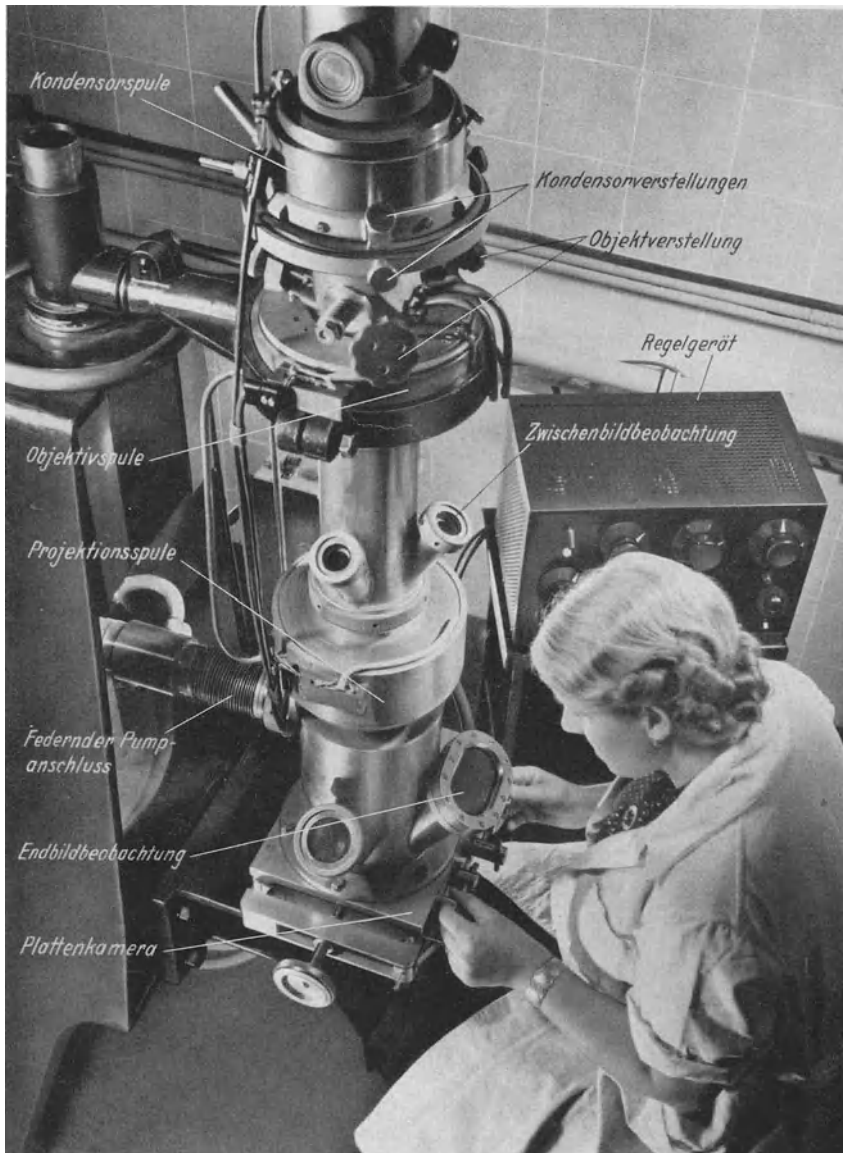


Abb. 174. Ansicht eines magnetischen Elektronenmikroskopes (Versuchsgerät, Bauart Siemens).

Übermikroskopie gewesen sind, zu besprechen. Hierdurch wird es möglich, die Mitteilungen auf moderne Konstruktionen zu konzentrieren und über diese einen besonders eingehenden Kommentar zu geben.

Unter den modernen Konstruktionen nimmt das in Abb. 174 abgebildete, mit magnetischen Polschuhlin sen arbeitende *Siemens-Übermikroskop* eine hervor-

ragende Stellung ein, weil mit diesem Instrument durch eine erhebliche Anzahl von Bildern, die zum Teil auch in den letzten Kapiteln dieses Buches wiedergegeben sind, die großen Möglichkeiten der Elektronenmikroskopie für weitere Kreise aufgezeigt worden sind. Das abgebildete Instrument verdient auch deswegen größere Beachtung, weil seine Konstruktion bereits auf eine allgemeinere Verwendung abgestimmt ist. Der *spannungssichere Aufbau* und die *bequeme Lage aller Einblicke und Regelgriffe*, die aus der Abbildung hervorgehen, sind in diesem Zusammenhang zu erwähnen. Die Bedeutung der verschiedenen Bauteile



Abb. 175. Die Plattenschleuse des Siemens-Mikroskopes.

ist in der Photographie durch kurze Hinweise gekennzeichnet. Die konstruktiven Grundzüge von *Kondensor- und Objektivsystem* entsprechen im wesentlichen den in den Zeichnungen Abb. 120 und 121 ausführlich dargestellten Anordnungen. Eine Ansicht der *Plattenschleuse* dieses Instrumentes bringt die weitere Teilansicht Abb. 175. Die Konstruktion einer Plattenschleuse, deren Hauptmerkmale mit der Kamera des Siemens-Instrumentes übereinstimmen, wurde bereits in Abb. 127 dargestellt und dort ausführlich besprochen. Nach den von den Konstrukteuren dieses Instrumentes gegebenen Mitteilungen<sup>1</sup> wird die Kondensorapertur bei diesem Elektronenmikroskop auf etwa  $10^{-3}$  eingeregelt. Die durch die reelle Objektivblende gegebene Objektivapertur liegt hier bei  $10^{-2}$ . Für sehr dünne Objekte bleibt trotz der großen Objektivblendenapertur die wirksame Objektivapertur erheblich unterhalb  $10^{-2}$ , da dann nur

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Vorläufige Mitteilungen über Fortschritte im Bau und in der Leistung des Übermikroskopes. Wiss. Veröff. Siemens-Werk Bd. 17 (1938) Heft 1 S. 99. — RUSKA, H., B. v. BORRIES u. E. RUSKA: Die Bedeutung der Übermikroskopie für die Virusforschung. Arch. Virusforsch. Bd. 1 (1939) Heft 1 S. 155.

ein kleiner Teil der Objektivblendenapertur von der abbildenden Strahlung erfüllt wird. — Im Instrument, das für Spannungen bis zu 80 kV eingerichtet ist, hat die Brennweite des magnetischen Objektivs normalerweise den Wert 5,4 mm. Die Brennweite der magnetischen Projektionslinse kann dagegen bis auf 1 mm verringert werden. Bei 400 mm Bildweite in beiden Stufen folgt für die erste Stufe eine Vergrößerung von 74 und für die zweite Stufe eine solche von 400, also für beide Stufen zusammen eine maximale Vergrößerung von etwa  $3 \cdot 10^4$ . — Die für den Betrieb des Instrumentes vorgesehene Evakuierung beträgt  $10^{-4}$  tor. Dieses Vakuum ist etwa 20 min nach Anheizen der Diffusions-

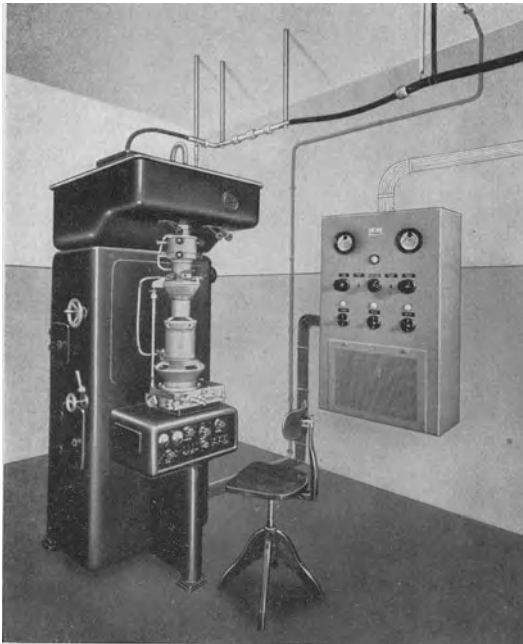


Abb. 176. Magnetisches Elektronenmikroskop. Auflösungsvermögen bei Hellfeld 5 bis  $10 \cdot 10^{-6}$  mm. Vergrößerung regelbar 4000 bis 40000. (Bauart Siemens.)

ausgegangenen und schon besprochenen Versuchsausführung im wesentlichen unverändert beibehalten worden. Dagegen hat der Aufbau von Instrument, Regelgerät und Pumpanlage eine starke Umarbeitung erfahren. Durch Aufstellung des Regelgerätes unmittelbar unter der Plattenschleuse und durch Anwendung von Übertragungsgestängen, die eine bequeme Objektverstellung während der Endbildbeobachtung ermöglichen, wird die Bedienung sehr erleichtert und damit der Bestimmung dieser für Forschungsinstitute geschaffenen Konstruktion Rechnung getragen. Das Objektiv ist gegenüber dem Versuchsgesäß insofern verbessert, als normalerweise Brennweiten bis herunter zu 3,8 mm bei 70 kV Strahlspannung erreicht werden, so daß trotz der auf etwa 320 mm verkürzten Länge des Objektivtubus in erster Stufe eine 85fache Vergrößerung erreicht wird. Durch Verwendung besonderer Objektträgerfassungen, die das Objekt näher an die Objektivspule bringen, kann die Vergrößerung der ersten

pumpe bzw. 5 min nach Anschluß der heißen Diffusionspumpe gegeben. Der gesamte Vorgang der Objektschleusung dauert nur etwa 1 min, während die Tätigkeit des Mikroskopierens durch den Vorgang der Plattenschleusung nur etwa 3 min lang unterbrochen werden muß. Durch eine unmittelbar hinter dem Strahlerzeugungssystem liegende Ablenkammer kann der Strahl zum Zwecke der Belichtung ein- und ausgeschaltet werden. Die Belichtungszeiten selbst liegen für Durchsicht-Hellfeldbeobachtung dünner Folienpräparate, für die das Instrument in erster Linie bestimmt ist, in der Größenordnung einer Sekunde.

Die moderne Ausführungsform des Siemens-Instrumentes<sup>1</sup> zeigt Abb. 176. Die Konstruktionsprinzipien der Bestandteile des Mikroskopes selbst sind gegenüber der vor-

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Ein Übermikroskop für Forschungsinstitute. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 34 S. 577. — Aufbau und Leistung des Siemens-Übermikroskops. Z. wiss. Mikroskopie. Bd. 56 (1939) Heft 3 S. 317.

Abbildungsstufe bei bis zu 2,5 mm verkürzter Brennweite auf 130:1 gesteigert werden. Die Objektivspule ist so ausgeführt, daß die die Linse bildenden Polschuhe ausgewechselt werden können. Die Hochspannung wird durch einen Transformator und einen Glühkathodengleichrichter erzeugt und mittels einer Kette von Kondensatoren und Widerständen geglättet. Der Transformator wird gespeist von einem Synchronumformer, dessen Spannung mit einem Regler konstant gehalten wird. Zur Heizung der unter Hochspannung befindlichen Glühkathode des Bestrahlungsteils dient ein Sammler, der innerhalb der Hochspannungsschirmung des Gerätes auf Isolatoren aufgestellt ist. Die zur Bedienung notwendigen Schalter sind über isolierende Achsen zur Vorderwand der Hochspannungsschirmung durchgeföhrt und von dort zu betätigen.

Ein Bild des mit elektrostatistischen Linsen arbeitenden *AEG-Elektronenmikroskopes* vermittelt die Photographie Abb. 177. Dieses Instrument<sup>1</sup> benutzt die schon in Abb. 107 gebrachte elektrostatistische Hochspannungslinse mit großer Mittelelektrodenöffnung als Objektiv- und als Projektionslinse. Die Mittelelektroden sind fest mit dem Kathodenpotential verbunden. Ein normales Strahlerzeugungssystem beleuchtet (unter Verzicht auf eine besondere Kondensorlinse) nach Ausblendung der unerwünschten Strahlungsanteile das Objekt mit einem festen Aperturwinkel der Größenordnung  $10^{-3}$ . Aus der besprochenen Bauweise folgt eine weitgehende Unempfindlichkeit gegen Spannungsschwankungen, sowie große Einfachheit der Hochspannungsanlage zum Betrieb des Mikro-

skopes. Durch den Fortfall fast aller Strom- und Spannungsreglungen gestaltet sich die Bedienung dieses elektrostatistischen Elektronenmikroskopes außerordentlich einfach, so daß es sicher besonders geeignet ist, um die Elektronenmikroskopie in weitere nicht speziell elektrisch vorgebildete Kreise zu tragen. Aus den Eigenschaften der erwähnten elektrostatistischen Linse folgt eine bestimmte feste Vergrößerung. Diese erreicht etwa den Wert 6000, wobei der Vergrößerungsanteil der Objektivstufe ungefähr 60 beträgt. Die Objektivbrennweite liegt bei 5 bis 6 mm und die Beschleunigungsspannung bei 45 bis 50 kV. Die Blende in der Objektiv-

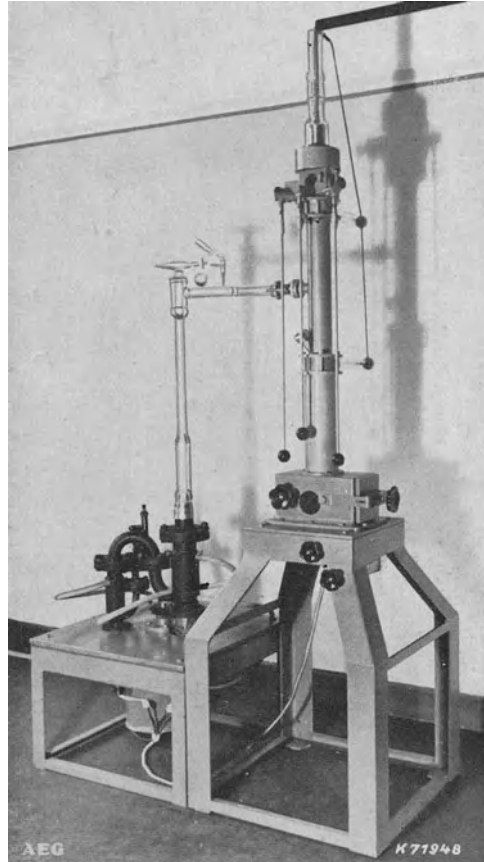


Abb. 177. Elektrostatistisches Elektronenmikroskop. Auflösungsvermögen bei Hellfeld 8 bis  $10 \cdot 10^{-6}$  mm. Vergrößerung 6000. (Bauart AEG.)

<sup>1</sup> MAHL, H.: Über das elektrostatistische Elektronenmikroskop hoher Auflösung. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 11 S. 316. — Das elektrostatistische Elektronen-Übermikroskop. Sonderdruck Jb. AEG-Forschung Bd. 7 (1940) Heft 1 S. 11.

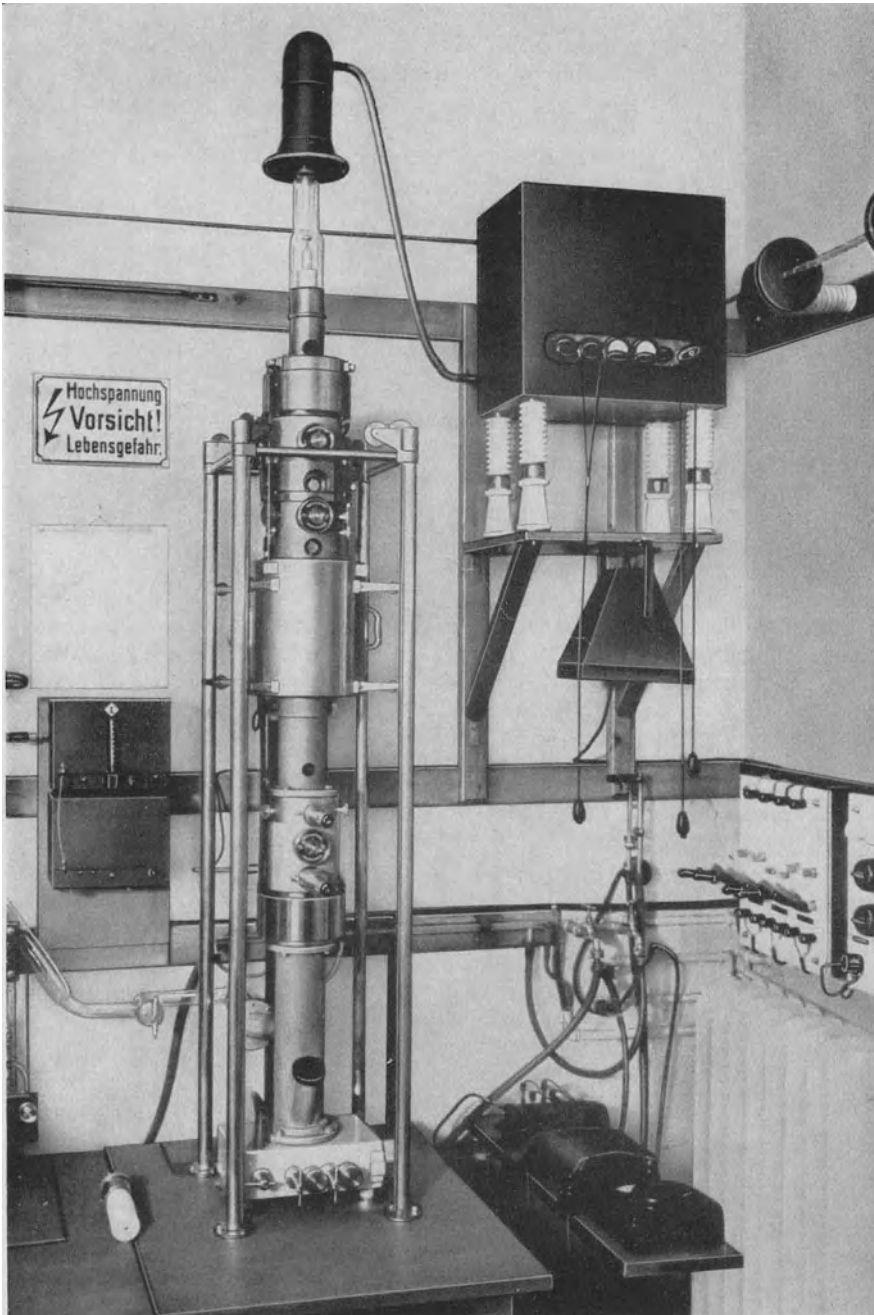


Abb. 178. Universal-Elektronenmikroskop für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobild-Betrieb. Auflösungsvermögen bei Hellfeld  $3 \cdot 10^{-6}$  mm. Auflösungsvermögen bei Dunkelfeld  $5 \cdot 10^{-6}$  mm. Vergrößerung regelbar 5000 bis 500 000. (Bauart v. ARDENNE.)

linse ist so gewählt, daß ein Öffnungsverhältnis von etwa  $10^{-2}$  besteht. Zur Untersuchung wird die Objektträgerblende in eine konusförmige Patrone ein-

geschraubt, die am oberen, der Kathode zugekehrten Ende einen Leuchtschirm zur Kontrolle des Beleuchtungsstrahles trägt. Die Objektpatrone wird durch ein seitliches Fenster in den eigentlichen Objektstisch gebracht. Der letztere besitzt neben den üblichen Bewegungen senkrecht zur optischen Achse auch eine Verstellung in Richtung der optischen Achse. Diese dient zur Schärfeneinstellung und ist bei diesem Instrument im Hinblick auf die unveränderliche Objektivbrennweite unbedingt notwendig.

Die Ansicht des wahlweise mit magnetischen oder elektrostatischen Linsen arbeitende *Universal-Elektronenmikroskop* des Verfassers<sup>1</sup> bringt Abb. 178. Dieses Mikroskop gestattet die Herstellung von Durchsicht-Hellfeldbildern mit

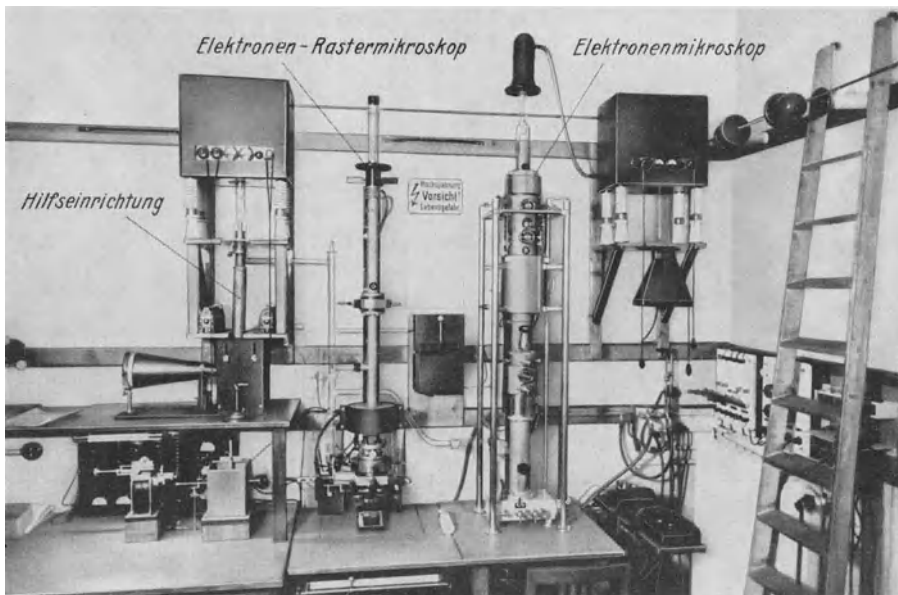


Abb. 179. Gesamtansicht einer Übermikroskopanlage mit Hilfseinrichtung zur Kontrolle der Scharfstellungsbedingungen (Laboratorium v. ARDENNE).

einem *Auflösungsvermögen von  $3 \cdot 10^{-6}$  mm*, ermöglicht zum ersten Male die Herstellung *übermikroskopischer Dunkelfeldbilder* (Auflösungsvermögen besser als  $5 \cdot 10^{-6}$  mm) und besitzt als erstes Elektronen-Übermikroskop eine *Einrichtung zur Aufnahme stereoskopischer Teilbilder*<sup>2</sup>. Seine Vielseitigkeit verdankt das Instrument einem sehr einfachen Prinzip: Fast alle, für die Wirkung wesentlichen Bestandteile, können einzeln aus dem fertig montierten Mikroskop, meist seitlich aus dem rohrartigen Gehäuse herausgenommen werden. So lassen sich die Polschuhsysteme magnetischer Linsen gegen von einem Durchführungsisolator getragene Elektrodensysteme elektrostatischer Hochspannungslinsen austauschen. Ebenso ist es möglich, wahlweise Objektive oder Projektionslinsen mit den verschiedensten Daten und auch mit den verschiedensten Zusatzmechanismen in den Strahlengang einzuschieben. Entwicklungsarbeiten an den Linsensystemen und Vergleiche über die Leistungsfähigkeit verschiedener Linsen, Blenden usw.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über ein Universal-Elektronenmikroskop für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobild-Betrieb. Z. Phys. Bd. 115 (1940) Heft 5/6 S. 339.

<sup>2</sup> ARDENNE, M. v.: Ergebnisse einer neuen Elektronen-Übermikroskopanlage. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 8 S. 113 und Stereo-Übermikroskopie mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 16 S. 248.

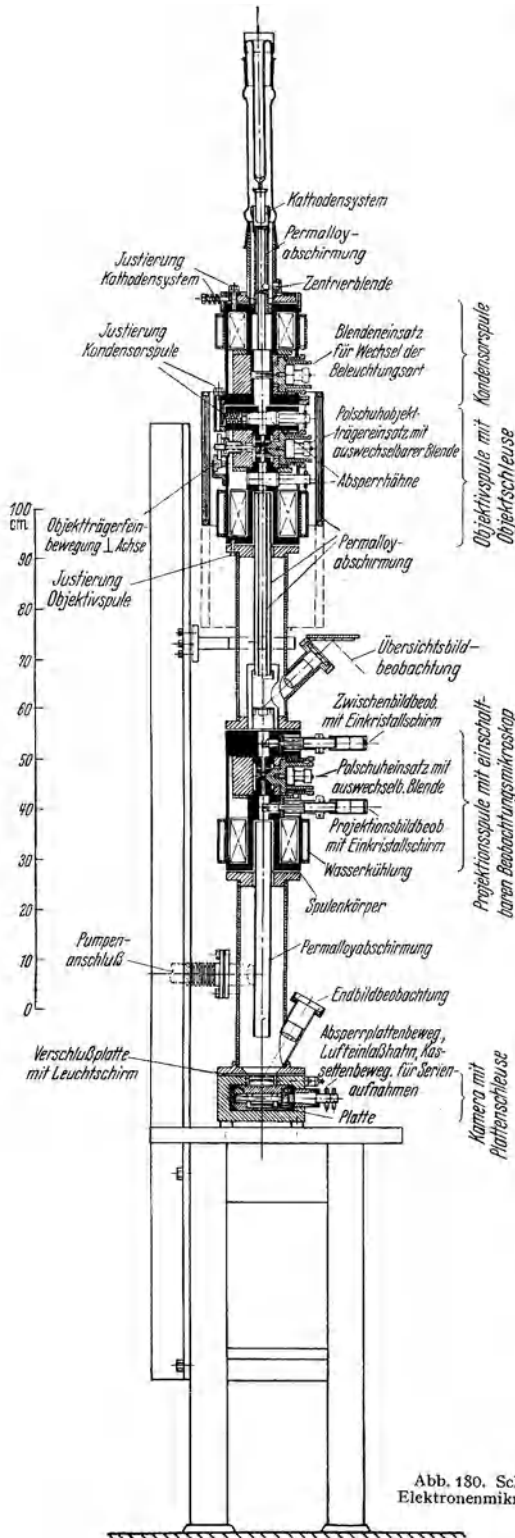


Abb. 130. Schnitt durch das Universal-Elektronenmikroskop (Bauart v. ARDENNE).

sind durch diese Bauweise sehr erleichtert worden. Auch die Vorrichtungen zur Objektbewegung, die verschiedenen Leuchtschirme, die in den Strahlengang einschiebbaren Lichtmikroskope mit Einkristall-Leuchtschirmen, der photographische Verschluss und die Mechanik der Kamera mit Plattenschleuse sind ohne Demontage des Gehäuses herausnehmbar. Die Gesamtansicht einer Übermikroskopanlage mit diesem Instrument und einem Elektronen-Rastermikroskop vermittelt Abb. 179. Links ist hier eine *Hilfseinrichtung zur Kontrolle der Scharfstellungsbedingungen* (besprochen im Buchabschnitt H I 2) sichtbar, die bei Einschaltung des magnetischen Objektivsystems, bei längeren Belichtungszeiten, sowie bei Herstellung von Reihenbildern stufenweise geänderter oder auch gleichbleibender Schärfe sich als sehr nützlich erwiesen hat. Die gleichzeitig auf diesem Übersichtsbild mitphotographierte Sondenmikroskopanlage wird in einem späteren Buchabschnitt beschrieben. Da das abgebildete Universalinstrument durch seine Bauweise den verschiedensten Aufgabenstellungen der Praxis Rechnung trägt, und da es zur Zeit die leistungsfähigste bekannte Elektronenmikroskopkonstruktion verkörpert, soll es eingehend besprochen werden. Um die Beschreibung übersichtlich zu gestalten, beschränken sich die Mitteilungen in diesem Abschnitt auf die wichtigsten Grundzüge der Konstruktion, während in den folgenden Unterabschnitten eine ausführliche Baubeschreibung der verschiedenen Bestandteile des Elektronenmikroskopes gegeben werden wird.

Einen Schnitt durch das Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers vermittelt Abb. 180. Neu und von erheblicher Bedeutung ist die Tatsache, daß bei diesem Instrument alle Blenden (der magnetischen Linsen) unter Vakuum zentrierbar und außerdem gegen weitere Blendbohrungen unter Vakuum austauschbar sind. Weiterhin können die Blenden nach erfolgtem Lufteinlaß leicht seitlich (beispielsweise zum Einsetzen neuer Blenden oder zum Reinigen der Blendkanäle) herausgenommen werden. Die Möglichkeit einer Zentrierung der Blenden bei laufendem Instrument hat sich als sehr wertvoll erwiesen. Sie gewährleistet eine besonders hohe Schärfe, indem sie Astigmatismus und den chromatischen Auslenkfehler stark abzuschwächen erlaubt. Die *Verstellbarkeit* und *Austauschbarkeit der Blenden unter Vakuum* gestattet den schnellen Übergang von Hellfeld- zu Dunkelfeldbetrieb. Hierdurch wird die Möglichkeit erschlossen, bei Hellfeldbetrieb die Schärfeneinstellung des Instrumentes durch Fluoreszenzschirmbeobachtung visuell vorzunehmen und die Aufnahme des Objektes mit Dunkelfeldbetrieb durchzuführen.

Durch zwei in der Schnittzeichnung abgebildete Absperrhähne läßt sich der Vakuumraum des Objekt-Objektivsystems vom Hauptvakuum des Instrumentes abtrennen. Nach Absperrung und Lufteinlaß kann das ganze System der magnetischen oder elektrostatischen Linse herausgenommen werden. In dieses Linsensystem wird außerhalb die Objektträgerpatrone eingesetzt. Die beschriebene Bauweise gestattet bei magnetischen Linsen eine besonders massive Ausgestaltung der Polschuhe und läßt ferner bei magnetischen und elektrostatischen Linsen eine Zentrierung des Objektivsystems auch außerhalb des Instrumentes unter einer lichtmikroskopischen Hilfseinrichtung zu. In Verbindung mit der in dem entsprechenden Unterabschnitt (J IV) gezeichneten Objekthalterung, die die übliche *Feinbewegung des Objektes* senkrecht zur optischen Achse zuläßt, besitzt die beschriebene Konstruktion weiterhin, die wichtige Eigenschaft, daß die Objekthalterung auf kürzestem Wege mit dem Polschuh oder der Linsenelektrode mechanisch verbunden ist. Erst hieraus ergibt sich die völlige *Unempfindlichkeit des Mikroskopes gegen mechanische Erschütterungen*. Hierdurch und durch die weiter unten besprochene vollständige magnetische Schirmung wird es möglich, das Instrument in normalen Arbeitsräumen ohne besondere Fundamente aufzustellen und trotzdem mit einer Treffsicherheit von etwa 90% zu jeder Tageszeit unverwackelte Bilder höchster Auflösung aufzunehmen. Die stabile Lage des Objektes gegenüber dem Objektiv mußte nicht zuletzt auch im Hinblick auf die längeren Belichtungszeiten bei Dunkelfeldbetrieb, sowie auf die Verhältnisse bei Stereobildaufnahmen gewährleistet sein.

Die Anpassung der Konstruktion an Untersuchungsaufgaben, bei denen mit längeren Belichtungszeiten gerechnet werden muß, zwang zu einer vorzüglichen *magnetischen Abschirmung* aller stöempfindlichen Teile des Strahlenganges. Bei diesem Instrument ist nicht nur der Bereich zwischen Objektiv und Projektionslinse durch Permalloyrohre wirksam magnetisch geschirmt, sondern auch der Raum des abbildenden Objektivfeldes und seine Umgebung. Die Abschirmung der zuletzt genannten Zone wird durch eine in der Höhe leicht verschiebbare, außen über das Instrument gehängte Permalloybandabschirmung bewirkt. Die Außenabschirmung hat zwar den Nachteil, daß sie sehr erhebliche Materialmengen beansprucht; doch wurde sie bei dem vorliegenden Instrument gewählt, um die Bauweise des Objektivsystems nicht zu sehr festzulegen. Eine Teilansicht, aus der die Ausführung der Abschirmung und des Abschirmungsaufzuges zu ersehen ist, vermittelt Abb. 181. Messungen am laufenden Instrument ergaben, daß  $10^{-3}$  Gauß Änderung der Horizontal-komponenten des magnetischen Erdfeldes nur einen Auslenkfehler von  $10^{-6}$  mm hervorrufen.



Zur Beurteilung der Zentrierung des Instrumentes sowie zur Übersichtsbildbeobachtung des Objektes ist vor der Projektionseinheit ein normaler Fluoreszenzschirm von etwa 30 mm Durchmesser mit einer kleinen Mittelöffnung

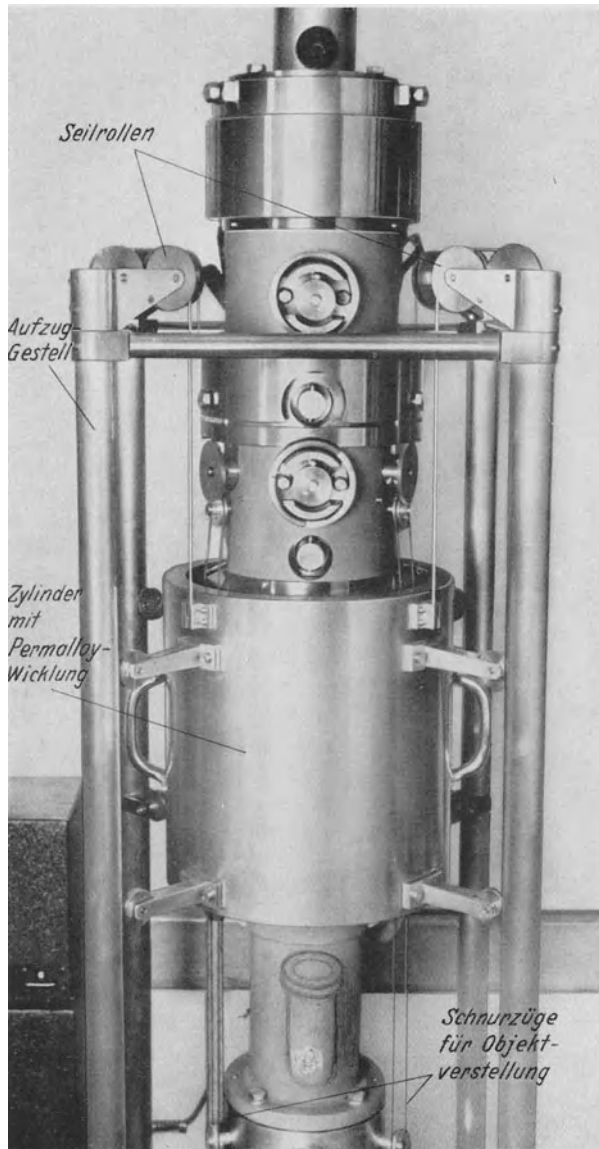


Abb. 181. Verschiebbare Permalloyband-Außenabschirmung des ganzen Objektiv-Objektschleusensystems (Abschirmung gesenkt).

auch praktisch die große Überlegenheit des Einkristall-Leuchtschirmes bei schwachen Strahlenintensitäten bestätigt. So leisteten die Einkristallschirme sehr wertvolle Hilfe bei der Scharfstellung der weiter unten wiedergegebenen Dunkelfeldbilder. Zur Beobachtung des ganzen Endbildes ist, wie üblich, die Verschlussplatte der Kamera mit einer Fluoreszenzschicht versehen, die in Aufsicht über eine Lupe betrachtet wird.

vorgesehen. Der Schirm besitzt einseitig einen Ausschnitt, so daß eine Zone des Zwischenbildes sogar während der photographischen Aufnahme auf einem *Einkristall-Leuchtschirm* mit Hilfe des oberen Lichtmikroskopes der Projektionseinheit betrachtet werden kann. Der Einkristallschirm für die Projektionsbildbeobachtung wird bei etwa 10% der Bildweite der Projektionsstufe eingeschaltet, so daß hier die elektronenoptische Vergrößerung auch nur 10% der Gesamtvergrößerung beträgt. Diese Abstufung erschien nützlich im Hinblick auf jene besprochene Betriebsweise, bei der das Auflösungsvermögen des Endbildes dem Auflösungsvermögen des menschlichen Auges angepaßt wird. Mit Rücksicht auf die extreme Tiefenschärfe der Abbildung hinter der Projektionslinse ist trotz der um 1000% voneinander abweichenden Bildweiten die beste Schärfe des Endbildes dann gegeben, wenn die lichtmikroskopische Projektionsbildbeobachtung beste Schärfe erkennen läßt. In Übereinstimmung mit den früheren theoretischen Abschätzungen hat sich

Die *Plattenkamera* ist so bemessen, daß Reihen von beispielsweise vier Bildern vom Format 30:45 mm aufgenommen werden können.

Das Instrument steht auf einem stabilen Tisch, an dessen Rückseite ein T-Träger befestigt ist, der die weitere Abstützung des Mikroskopes übernimmt. Es ist für Spannung bis zu  $10^5$  V eingerichtet. Bei der Betriebsspannung von 60 kV und elektrostatischem Objektiv ist die Brennweite des letzteren etwa 2,5 mm. Mit magnetischem Objektiv beträgt die Brennweite dagegen nur 1,6 mm. Mit einer Sonderkonstruktion, die etwas schwerer zu handhabende und herstellbare Objektträger mit sehr kleinen Abmessungen besitzt, konnten sogar Objektivbrennweiten von 0,9 mm für Spannungen bis zu 70 kV hergestellt werden. Die Brennweite der Projektionslinse kann auf 1 mm verringert werden, wenn auch hier in der Regel wesentlich größere Brennweiten zur Anwendung kommen. Die Bildweite beider Vergrößerungsstufen beträgt 650 mm, so daß beispielsweise mit 1 mm Brennweite der einzelnen Stufen eine Vergrößerung von je 650 und damit für beide Stufen zusammen eine *maximale elektronenoptische Vergrößerung von etwa  $5 \cdot 10^5$*  resultiert. Praktisch wird bei Anwendung von Schumann-Platten mit einer elektronenoptischen Vergrößerung von etwa  $8 \cdot 10^3$  bis  $1,5 \cdot 10^4$  gearbeitet.

Zur *Gewinnung übermikroskopischer Stereobilder* wird der Objektträger unter Vakuum von außen geschwenkt und nachjustiert, so daß nacheinander zwei Bilder des gleichen Objektausschnittes erhalten werden, die sich nur durch die geänderte Durchstrahlungsrichtung unterscheiden.

Im Anschluß an die Besprechung der Hauptmerkmale des normalerweise mit 60 bis 70 kV betriebenen Universal-Elektronenmikroskopes sollen kurz die wesentlichsten Einzelheiten des an anderen Stellen dieses Buches mehrfach erwähnten *300 kV-Universal-Elektronenmikroskopes* des Verfassers ebenfalls bekanntgegeben werden. Auch dieses Instrument ist für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobildbetrieb eingerichtet. Im Hinblick auf die sehr hohe Beschleunigungsspannung von maximal 300 kV ist dieses Mikroskop nur noch für den Betrieb mit magnetischen Linsen konstruiert. Die genannte Spannung, die über die *Verkürzung der Elektronenwellenlänge* auch eine Verbesserung des Auflösungsvermögens bringt, verteilt sich im Beschleunigungssystem auf vier gleichartig ausgebildete Stufen. Die Kathode ist während des Betriebes über isolierende Achsen im Wehnelt-Zylinder zentrierbar. Die übrige Konstruktion unterscheidet sich äußerlich nur noch wenig von dem in diesem Kapitel ausführlich beschriebenen Instrument. Im Objektivsystem mußte der stark heraufgesetzten Voltgeschwindigkeit der Elektronen durch Verdopplung des Wickelraumes sowie durch Anwendung von Blenden größerer Massendicke Rechnung getragen werden. Durch entsprechende Ausgestaltung der Polschuhe konnten Objektivbrennweiten von 4 bis 5 mm bei einem  $k$ -Wert von unter 3 verwirklicht werden. Infolge der hohen Voltgeschwindigkeit der Elektronen gelingt es, Objektschichten größerer Dicke, die bei Beschleunigungsspannungen von 60 kV im Bilde noch völlig schwarz erscheinen, zu durchdringen. Der die Schärfe der Innenstrukturen von Objekten größerer Massendicke bestimmende Fehler durch räumliche Elektronenstreuung wird durch die genannte hohe Spannung auf etwa  $\frac{1}{5}$  gegenüber den bekannten Mikroskopkonstruktionen verringert, so daß bei der Abbildung innerer Schichten dickerer Objekte praktisch die 25fache Bildpunktzahl besteht. Als weitere wichtige Folge der hohen Spannung ist die Tatsache zu nennen, daß hinreichend dünn hergestellte *Objektträgerfolien bei Dunkelfeldbetrieb keine kritische Aufhellung des Bilduntergrundes* mehr ergeben; so daß die optische Voraussetzung für die Sichtbarmachung isolierter feinsten Teilchen im Dunkelfeld erfüllt ist. Da zur Zeit der Niederschrift dieser Zeilen die Arbeiten am 300 kV-Universal-Elektronenmikroskop noch nicht ganz beendet sind, soll

auf eine weitergehende Beschreibung noch verzichtet und in den folgenden Unterabschnitten nur die Bestandteile des Universal-Elektronenmikroskopes für normale Betriebsspannungen ausführlich beschrieben werden.

### III. Das Kondensorsystem.

Die Beleuchtungsapparatur des Universal-Elektronenmikroskopes setzt sich zusammen aus dem *Strahlerzeugungssystem* und der *Kondensoreinheit*. Die

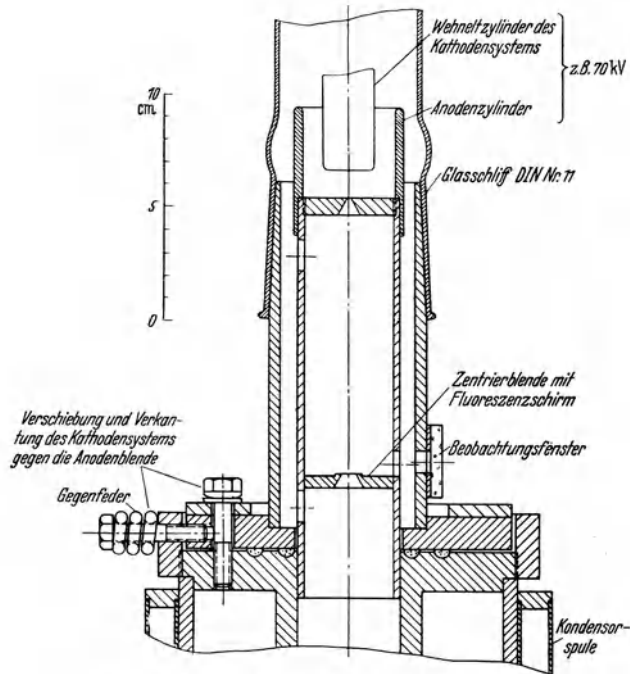


Abb. 182. Konstruktion des Strahlerzeugungssystems.

Konstruktion des Strahlerzeugungssystems ist in Abb. 182 dargestellt. Die Glühkathode befindet sich, wie dies bei Elektronenstrahl-Großprojektionsanlagen für Fernsehversuche bekannt ist, in einer einfachen austauschbaren Patrone und kann nach Querstellung des obersten Absperrhahnes des Instrumentes im Laufe weniger Minuten erneuert werden. Auf die Wiedergabe des Kathodenteiles kann an dieser Stelle verzichtet werden, da bereits alle Einzelheiten über den Bau des Kathodensystems und über die Kathodendaten selbst im Kapitel F I angegeben sind. Die Außenansicht des fertig zusammengesetzten Strahlerzeugungssystems vermittelt die Photographie Abb. 183. Der Wehnelt-Zylinder und die ihm gegenüberstehenden Elektrodenteile sind sorgfältig abgerundet, verchromt und auf Hochglanz poliert. Die durch die Kathodenheizung und durch abgebremste Elektronenstrahlenergie entstehende Wärmemenge wird zum überwiegenden Teil von dem die Anodenblende tragenden Rohr zum Kondensator abgeleitet, der seinerseits Wasserkühlung besitzt. Die Aufkittung des gezeichneten Glasschliffes, die infolge der erwähnten Wärmeableitung kalt bleibt, sollte unbedingt mit Apiezonkitt bewerkstelligt werden. Durch Verschiebung und Verkantung des Kathodensystems gegen die Anodenblende mit Hilfe der angedeuteten Schraubenanordnungen läßt sich während

des Betriebes unter Beobachtung der mit einem Leuchtschirm belegten Zentrierblende das Elektronenbündel gegenüber dieser Blende zentrieren. Die der vorgesehenen Anodenspannung und den jeweils gegebenen Durchgriffsverhältnissen zugeordnete Wehnelt-Zylinderspannung wird entweder durch Einstellung auf einen bestimmten Strahlstromwert (z. B.  $2 \cdot 10^{-4}$  A) oder einfach durch Einregelung auf eine bestimmte Helligkeitsverteilung des Zentrierblenden-Leuchtschirmes ermittelt.

Die *Konstruktion* der *Kondensoreinheit* ist in Abb. 184 gezeichnet. Einen Blick auf die Kondensoreinheit vermittelt die Photographie Abb. 185, während die Teile, aus denen sie zusammengesetzt ist, in Abb. 186 photographiert sind. Durch die gezeichnete Gestaltung des mit E gekennzeichneten Eisenmantels der Kondensorspule gelingt die konstruktive Einfügung des Blendeinsatzes für Wechsel der Blendgröße oder auch der Beleuchtungsart unter Vakuum. Der *Blendeinsatz* ist ähnlich konstruiert wie der entsprechende, weiter unten ausführlich gezeichnete Blendeneinsatz des Objektivsystems. Die verschiedenen Blendbohrungen befinden sich genau ausgerichtet auf einer Blendzunge, die über einen mit Teilung versehenen Federkörperantrieb um definierte Beträge verschoben werden kann. Der Übergang von einer Blende zur anderen erfolgt somit durch Betätigung des Federkörperantriebs, bis die den verschiedenen Blendbohrungen zugeordneten Zahlenwerte der Skala eingestellt sind. Der ganze Blendeneinsatz kann durch Verkanten der vorgesehenen Gummidichtung gegenüber der Achse des Kondensorsystems zentriert werden. Eine Ansicht des Blendeneinsatzes, sowie seiner Bestandteile vermitteln die Photographien Abb. 187 und 188.

Der Strahlengang im Kondensorsystem ist magnetisch durch Permalloyrohre abgeschirmt. Erst hierdurch wird erreicht, daß die im Laufe von Stunden oder Tagen eintretenden, sehr starken Erdfeldschwankungen ohne Einfluß auf die Güte der Zentrierung des Instrumentes bleiben.

Die Entfernung zwischen der durch den Kondensor abgebildeten Ebene des Elektronenstrahles und dem Schwerpunkt der Kondensoroptik ist etwa doppelt so groß wie die Strecke Kondensoroptik—Objekt, so daß im Kondensorsystem eine Verkleinerung auf  $\frac{1}{2}$  stattfindet. Hieraus folgt eine besonders geringe Gesamtbelastung von Objekt und Objektträger durch die auffallende Elektronenstrahlung, ohne daß der bestrahlte Objektquerschnitt bereits die



Abb. 183. Außenansicht des Strahlerzeugungssystems.

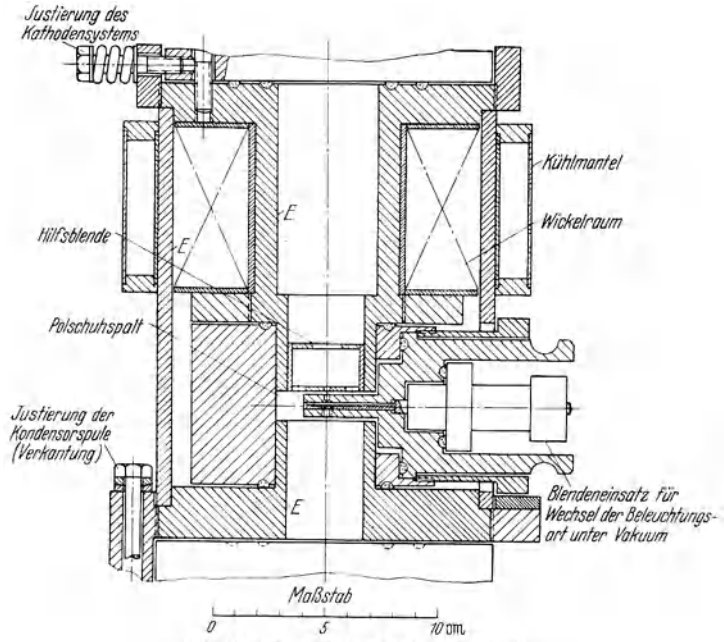


Abb. 184. Konstruktion der Kondensorenspule.



Abb. 185. Außenansicht der Kondensoreinheit.

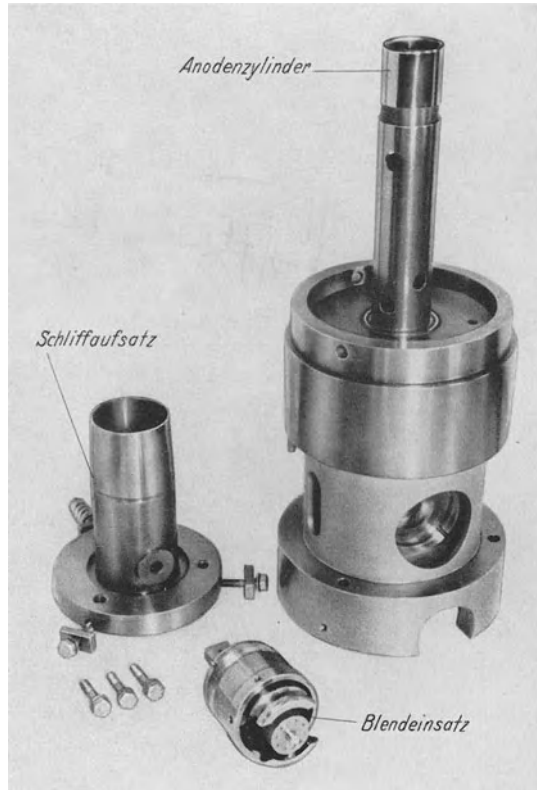


Abb. 186. Die Teile der Kondensoreinheit.

Größenordnung des Gesichtsfeldes annimmt bzw. ohne daß die Zentrierung des Kathoden- und Kondensorsystems kritisch erschwert wird. Auch bei längeren Bestrahlungszeiten bleibt die unerwünschte Mittelbelastung des Objektträgers

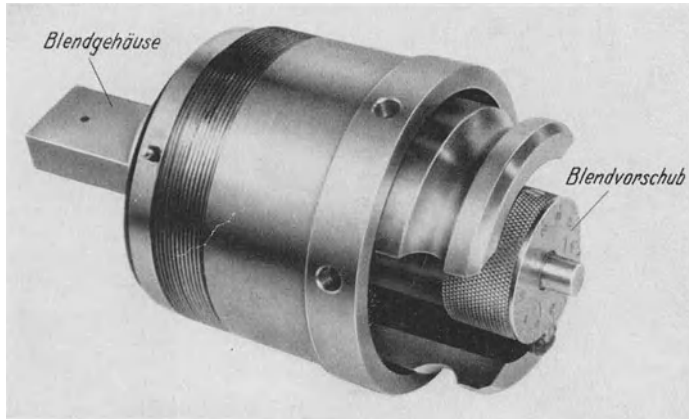


Abb. 187. Gesamtansicht des Kondensor-Blendeneinsatzes.

so schwach, daß die Untersuchung wärmeempfindlicher Objekte gelingt, sofern nicht die Strahlungsabsorption im Objekt selbst bereits frühere Grenzen zieht.

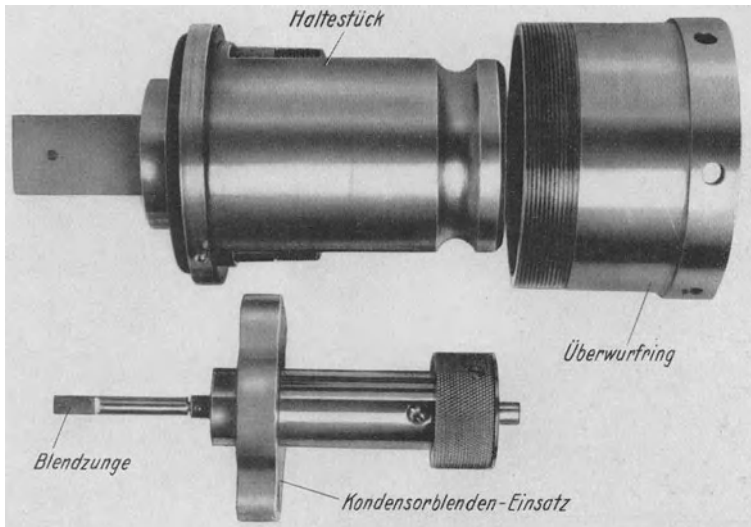


Abb. 188. Die Bestandteile des Blendeneinsatzes.

Zwischen Strahlerzeugungssystem und Kondensoreinheit, sowie zwischen der letzteren und der anschließenden Objekt-Objektiveinheit sind je 2 Gummiringe vorgesehen. Auch bei den übrigen, stärker belasteten Verbindungen des Instrumentes finden sich je zwei Ringe. Stets dient allein der innere Ring als Vakuumdichtung, während der äußere Ring nur die Aufgabe hat, den Dichtungsring zu entlasten. Durch Verkantung einer Gummidichtung kann die optische Achse des ganzen Kondensorsystems gegenüber der optischen Achse des Objektivs ausgerichtet werden.

### IV. Das Objekt- und Objektivsystem.

Die Konstruktion von Objekt- und Objektivsystem des Universal-Elektronenmikroskops ist ausführlich in Abb. 189 dargestellt. An Stelle des gezeichneten Polschuheinsatzes kann wahlweise, wie dies die Teilzeichnung Abb. 190 veranschaulicht, die entsprechende Einheit einer kurzbreitweitigen elektrostatischen

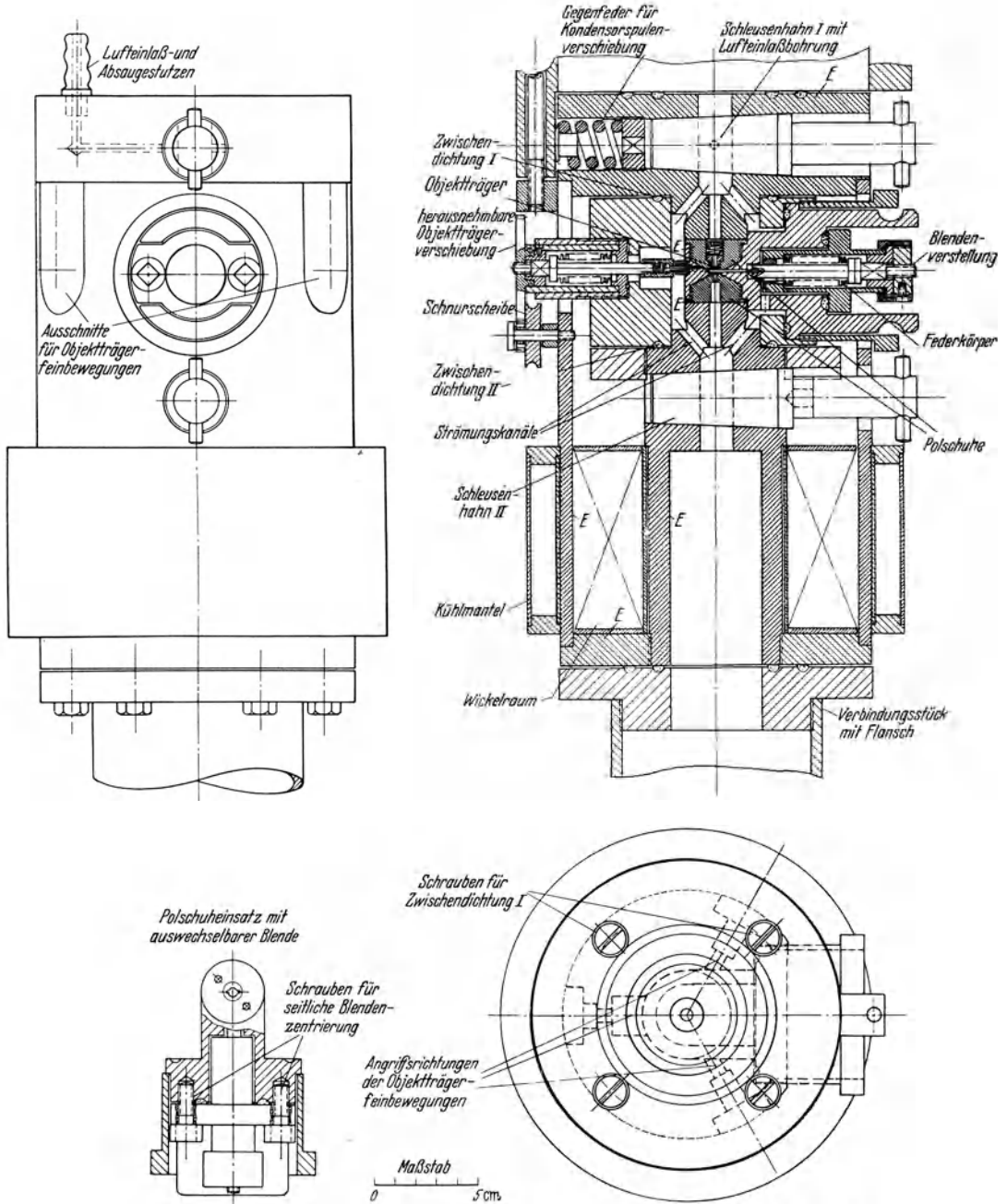


Abb. 189. Konstruktion der Objektivspule mit Objektschleuse bei dem Universal-Elektronenmikroskop.

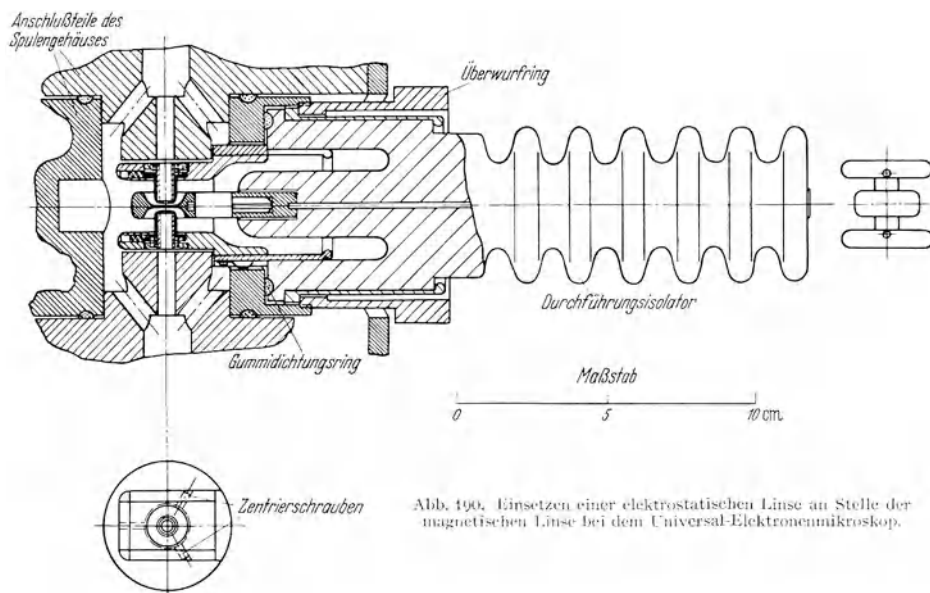


Abb. 190. Einsetzen einer elektrostatiscben Linse an Stelle der magnetischen Linse bei dem Universal-Elektronenmikroskop.

Hochspannungslinse eingesetzt werden. Die Außenansicht des Objektivsystems bei Betrieb mit magnetischer Linse ist in Abb. 191 und bei Betrieb mit elektrostatiscber Linse in Abb. 192 abgebildet. Die oberhalb und unterhalb des Linsenraumes vorgesebenen Häbne zur Abtrennung des Hauptvakuums sind so ausgeführt, daß der Strahlengang gegen Dichtungsfettreste abgeschirmt ist. Die entsprechenden Abschirmrohre sind aus Permalloy-C-Material hergestellt und dienen gleichzeitig zur Verbesserung der magnetischen Abschirmung. Die Anordnung des Abschirmrohres im Innern einer Hahnbohrung zeigt Abb. 193.

Die Gesamtansicht des in Abb. 189 ausführlich gezeichneten *Polschuhobjektträger-Einsatzes* vermittelt Abb. 194. Die verschiedenen Bestandteile des gleichen Einsatzes bringt die Abb. 195. Der mit dem Federkörper kombinierte *Aperturblendeneinsatz*, der wieder für sich aus dem Polschuheinsatz seitlich herausgenommen werden kann, ist in Abb. 196 aufgenommen.

Deutlich ist hier die Blendzunge sichtbar, in der sich die Kanäle der verschiedenen Aperturblenden genau ausgerichtet

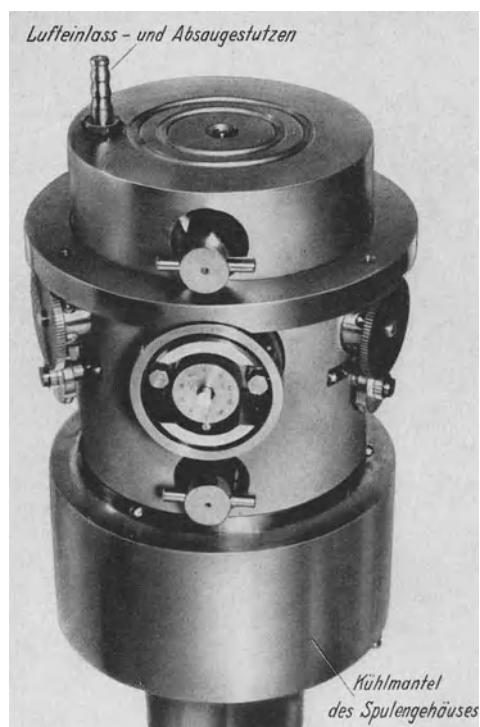


Abb. 191. Außenansicht des Objektivsystems bei Betrieb mit magnetischer Polschuhlinse.



befinden. Die Blende selbst wird entweder durch eine Mehrfach-Kreuzspaltblende oder durch feinste Bohrungen in einem 0,1 mm starken Tantalstreifen gebildet. Der Durchmesser des feinsten Kanals auf der Blendzunge ist nur  $5 \mu$

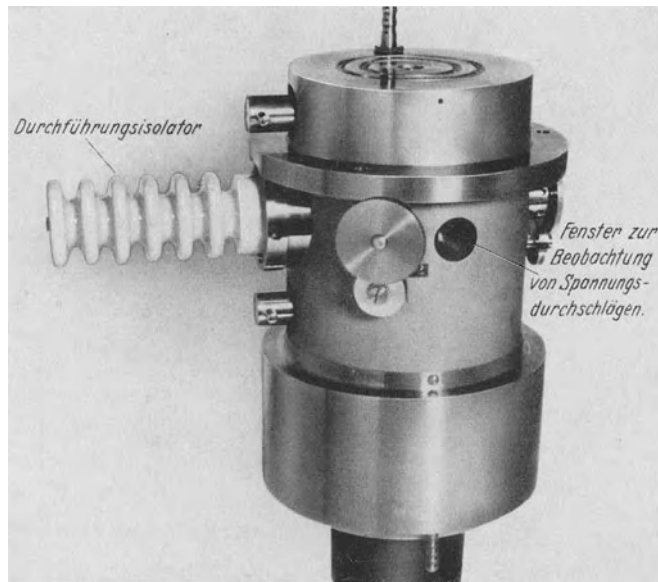


Abb. 192. Außenansicht des Objektivsystems bei Betrieb mit kurz brennweitiger, elektrostatischer Hochspannungslinse.

bzw.  $3 \mu$ . Auch für die kürzesten verwirklichten Objektivbrennweiten genügen Blendkanaldurchmesser dieser Größe, um übermikroskopische Dunkelfeldbilder

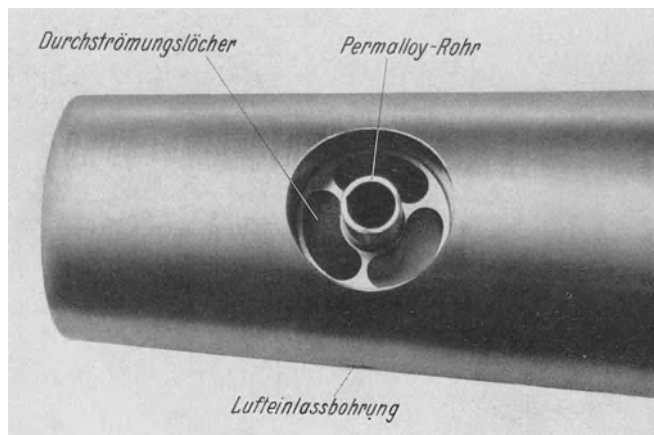


Abb. 193. Hahnbohrung mit elektrisch-magnetischer Abschirmung.

von dem schon erwähnten Auflösungsvermögen zu liefern. Entscheidend für die Bildgüte bei Anwendung so kleiner reeller Objektivaperturen ist allerdings, daß die Blende auf chemischem Wege von Fettschichten, sowie mit Hilfe eines Mikromanipulators von störenden Partikeln auf das peinlichste gesäubert ist. Ebenso wie bei dem Blendeinsatz des Kondensorsystems kann mit Hilfe einer

Skala die Lage der Blendzunge im Polschuhsystem kontrolliert werden. Die Markierung oder Eichung dieser Skala erfolgt zweckmäßig nach Herausnahme des Polschuheinsatzes unter Benutzung einer lichtmikroskopischen Hilfsein-

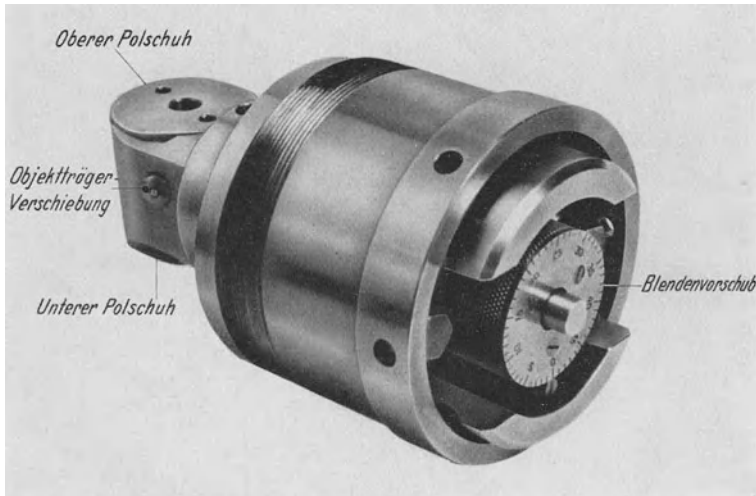


Abb. 194. Gesamtansicht des Polschuhobjektträger-Einsatzes.

richtung. In der Richtung senkrecht zum Vorschub der Blendzunge wird die Zentrierung der Blendkanäle gegenüber der Achse des Polschuhsystems durch

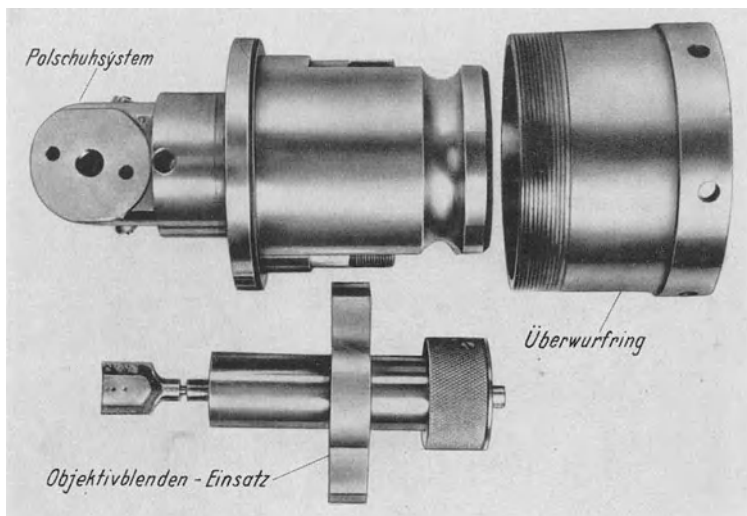


Abb. 195. Verschiedene Bestandteile des Polschuhobjektträger-Einsatzes.

zwei Schrauben bewirkt, die in Abb. 189 auf der Teilzeichnung links unten eingezeichnet sind.

Die in Abb. 197 vergrößert aufgenommenen Objektträgerblenden werden in den herausgenommenen Polschuheinsatz eingebracht. Die verschiedenen Teile zur Halterung der Objektträgerblende im Polschuh zeigt die Aufnahme Abb. 198.

Die Objektpatrone, in die die Objektträgerblende eingelegt wird, kann spannungsfrei gegenüber dem Polschuhsystem in der Ebene senkrecht zur optischen Achse bewegt werden. Das Prinzip dieser Objektbewegung findet sich bereits in Abb. 117 dargestellt und ist dort ausführlich erläutert.



Abb. 196. Der Objektivblendeinsatz mit Blendzunge.

durchführen. Infolge des unmittelbaren Kontaktes zwischen Objektpatrone und der Linseneinheit ist die schon oben erwähnte völlig stabile Objektlage gegenüber Objektiv auch für längere Zeiträume gegeben. Gleichzeitig hat diese Bauweise den Vorzug, daß bei magnetischen Linsen der Eisenquerschnitt in der Nähe der Polschuhspitze nur sehr wenig geschwächt wird. Die oben genannten Werte für die *Brennweiten* der magnetischen Objektive, die *nur etwa ein Drittel der bisher benutzten*, in der Literatur erwähnten, *Objektivbrennweiten* betragen, sind dem hier eingeschlagenen Konstruktionswege zu verdanken.

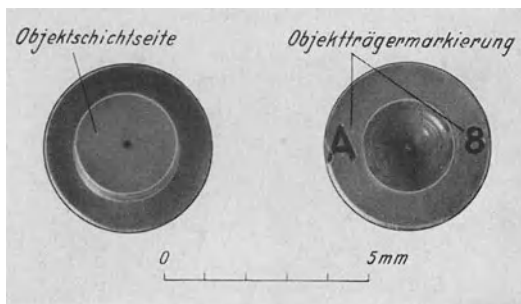


Abb. 197. Vergrößerte Ansichten der Objektschichtseite und der Rückseite einer Objektträgerblende.

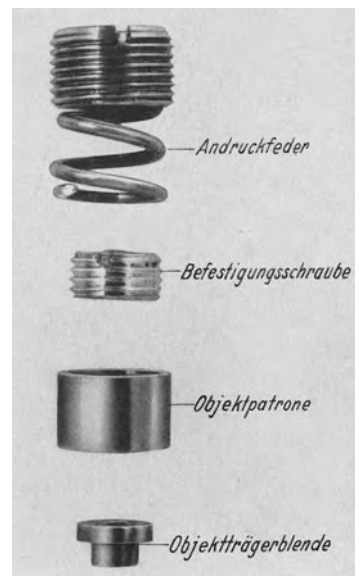


Abb. 198. Die verschiedenen Teile der Objekthalterung.

Eine Großaufnahme des Polschuhsystems mit Anstoßobjektbewegung gibt Abb. 199 wieder. Die Anordnung der drei Objektträgerfeinbewegungen im Objektivsystem zeigt Abb. 200. Die Bewegung des Objektes wird durch einen Schnurtrieb neben den Beobachtungsmikroskopen gesteuert. Selbst feinste Objektverschiebungen von nur  $10^{-5}$  mm lassen sich in den jeweils gewünschten Richtungen mit dieser einfachen, in Objektivnähe wenig Raum beanspruchenden Methode

Ein relativ großer Wickelraum für die Erregerspule ist vorgesehen, um die Gleichstromleistung zum Betrieb des magnetischen Objektives möglichst niedrig

zu halten und um damit eine wichtige Voraussetzung für die Schaffung gleichbleibender Betriebsverhältnisse zu erfüllen. Die verschiedenen Teile des

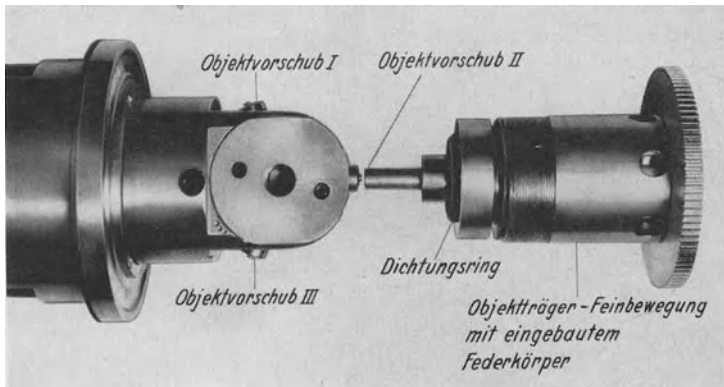


Abb. 199. Polschuhsystem mit Anstoßobjektbewegung.

Objektivsystems sind fest in einander unter Anwendung von Gummidichtungen verschraubt. Bemerkenswert ist, daß eine Eisen-Messinglötung bei dieser Bauweise völlig vermieden ist. Vier Hauptschrauben halten die ganze Einheit zusammen. Alle weiteren konstruktiven Einzelheiten sind aus den Konstruktionszeichnungen zu entnehmen, die mit einem eingehenden Kommentar versehen sind.

Ein besonderer *Polschuh-einsatz mit Objektschwenkeinrichtung* und Objektbewegung zur Nachjustierung des Gesichtsfeldes dient zur Herstellung stereoskopischer Teilbilder. Einzelheiten über die Konstruktion des Stereoeinsatzes finden sich im Buchabschnitt N II. Anschläge bewirken, daß bei der Auswechslung der verschiedenen Objektivsätze zum Zwecke des Objektaustausches stets wieder die gleiche Lage der Objektivachse herbeigeführt wird, so daß im Anschluß an den Wechselvorgang keine Nachzentrierung des Instrumentes notwendig ist.

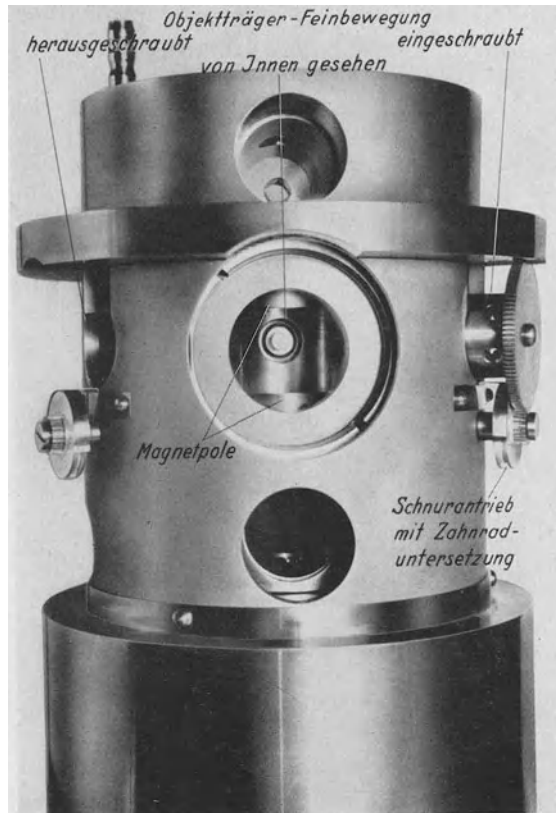


Abb. 200. Die Anordnung der drei Objektträgerfeinbewegungen im Objektivsystem.

## V. Das Projektionslinsensystem.

Die *Konstruktion des Projektionslinsensystems* mit den einschaltbaren Beobachtungsmikroskopen ist in Abb. 201 gezeichnet. Trotzdem diese Einheit stark abweichende Aufgaben zu erfüllen hat, ließ sich doch eine ähnliche Anordnung der Hauptteile erreichen, so daß viele Bestandteile dieses Systems

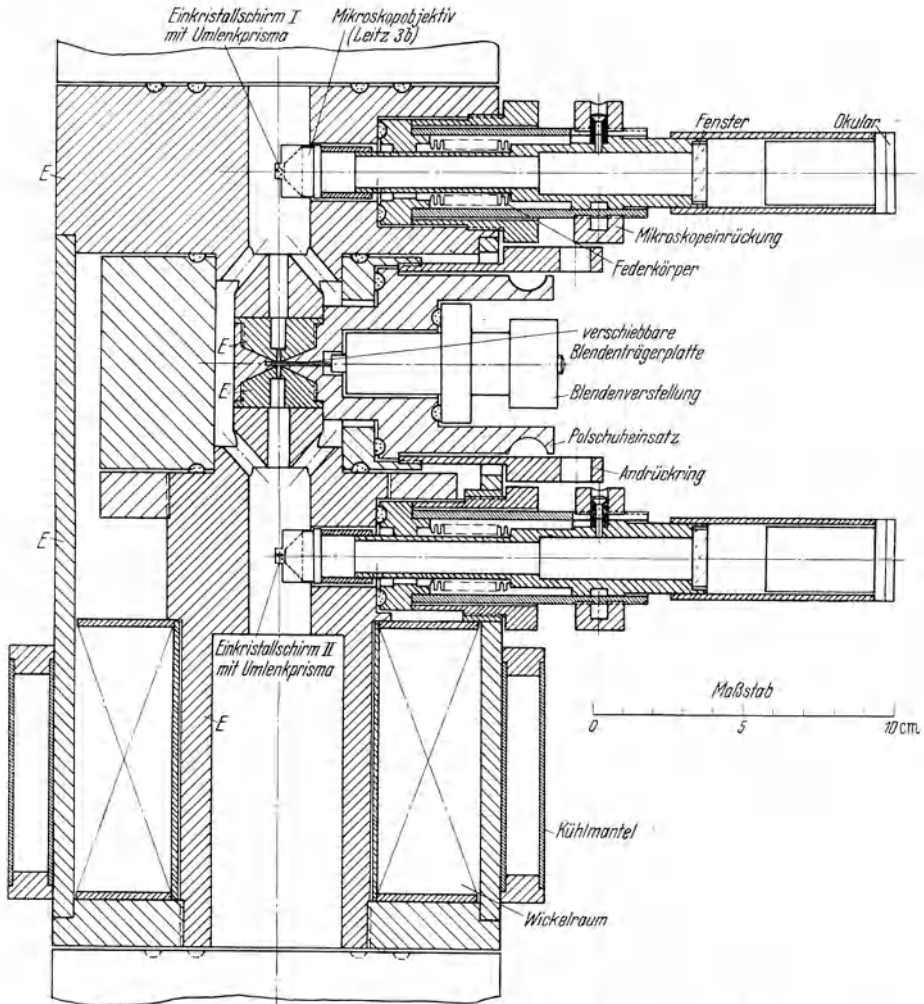


Abb. 201. Konstruktion der Projektionsspule mit einschaltbaren Beobachtungsmikroskopen.

übereinstimmen mit den entsprechenden Bestandteilen des Objektivsystems, ja sogar des Kondensorsystems. Hierdurch ist die Fertigung des Gesamtinstrumentes nicht unwesentlich vereinfacht. Die Außenansicht des Projektionslinsensystems vermittelt Abb. 202. Durch Drehen an dem Einrücktrieb können die beiden zur Zwischenbildbeobachtung und zur Projektionsbildbeobachtung vorgesehenen und gleichartig ausgeführten Mikroskope um genau definierte Beträge mehr oder weniger in den Strahlengang eingerückt werden. Die durch die Daten des Federkörpers begrenzte Einrückamplitude liegt in der Größen-

ordnung 6 bis 8 mm. Die Ausführung eines *Beobachtungsmikroskopes* mit Einrückmechanismus und Trommelskala zeigt Abb. 203. Unmittelbar vor dem



Abb. 202. Gesamtansicht der Projektionslinseneinheit mit einschaltbaren Beobachtungsmikroskopen.

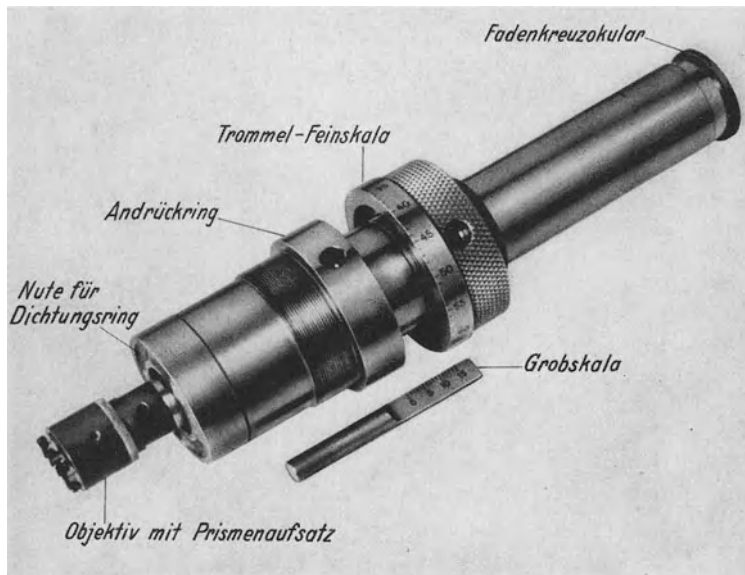


Abb. 203. Beobachtungsmikroskop mit Einrückmechanismus.

Mikroskopobjektiv befindet sich ein  $90^\circ$ -Umlenkprisma. Dieses auf der Photographie Abb. 204 erkennbare Prisma trägt auf seiner der Strahlung zugekehrten Fläche ( $3 \approx 3$  mm) einen kleinen, sauber geschliffenen *Einkristalleuchtschirm* von etwa 0,7 mm Durchmesser. Die Umgebung des Einkristallschirmes auf der

Prismenfläche ist mit einem normalen Vielkristalleuchtschirm versehen, der nur dazu dient, die Orientierung im Gesichtsfeld zu erleichtern. Die der Strahlung zugekehrte Fläche des Einkristallschirmes wird in etwa 100facher linearer Vergrößerung betrachtet. Das praktische Arbeiten mit den beschriebenen Einkristall-Mikroskopeinheiten hat sich als außerordentlich bequem erwiesen. Erst auf diese Weise wird eine saubere Zwischenbildbeobachtung erreicht. Die theoretisch erwartete große Leuchtintensität der Fluoreszenzbilder hat sich auch praktisch bestätigt. Auch bei den höchsten einstellbaren Gesamtvergrößerungen

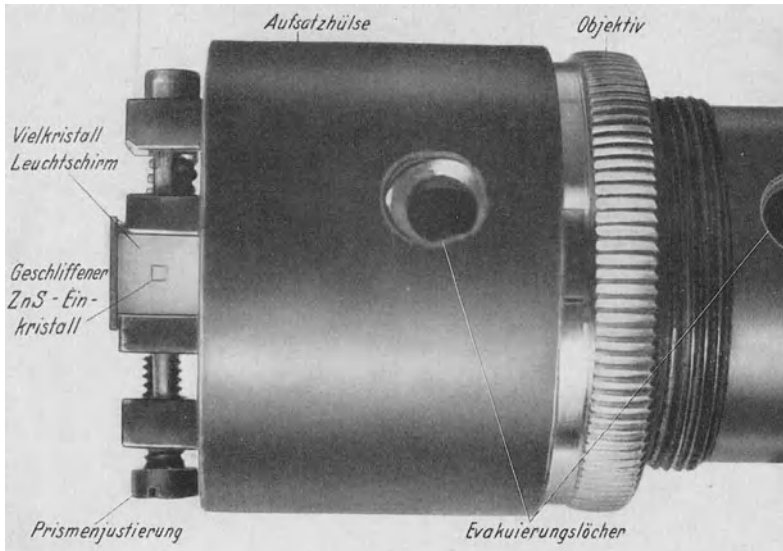


Abb. 204. Mikroskopobjektiv mit Leuchtschirm und Prisma.

genügte die Flächenhelle des Projektionsbildes im unteren Mikroskop vollkommen, um die Schärfeneinstellung vorzunehmen und eine visuelle Voruntersuchung des Objektes durchzuführen.

Auch bei dem Projektionsspulensystem sind eine Reihe Kanäle zur Umgehung des herausnehmbaren Polschuhsystems in den Hauptblock gebohrt, um den Strömungswiderstand für die Evakuierung herabzusetzen.

## VI. Die Kamera.

Konstruktion und Wirkungsweise der Plattenkamera des besprochenen Universal-Elektronenmikroskopes findet sich schon in Abb. 127 gezeichnet und im Zusammenhang mit dieser Abbildung besprochen. Die Außenansicht dieser Serienaufnahmen zulassenden *Plattenkamera* bringt die Photographie Abb. 205. Die Seitenansicht der gleichen Kamera bei geöffneter Abschlußplatte zeigt Abb. 206. Der *Gehäusekasten*, der das Gewicht des ganzen Elektronenmikroskopes trägt, wird durch starke Messingplatten gebildet. Die aneinander angrenzenden Flächen dieser Platten sind zunächst verzinkt und sodann fest miteinander verschraubt worden. Anschließend wurde der ganze Kasten und die Einsätze für Antriebsschliffe sowie Vakuumstutzen nach dem im Abschnitt G IV 2 beschriebenen Verfahren weichgelötet. Der Doppelschlitteneinsatz, der zum Transport der Schleusenplatte und des Leuchtschirmes einerseits und zum

Transport der Kassette andererseits dient, ist in Abb. 207 gesondert abgebildet. Die Kassette ist zur Aufnahme von zwei hintereinander liegenden Platten vom Format  $4\frac{1}{2} \times 6$  cm eingerichtet. Der größte Bildausschnitt beträgt  $30 \times 45$  mm.

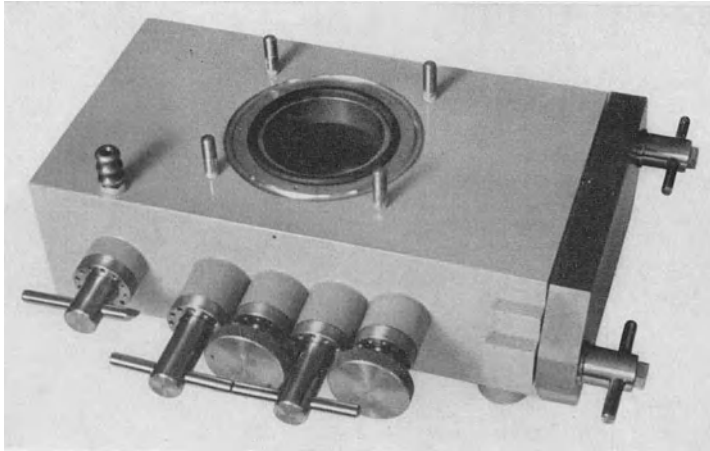


Abb. 205. Außenansicht der Plattenkamera für Serienaufnahmen.

Aus den früher eingehend dargelegten Gründen kommen durchweg *Schumann-Platten* zur Anwendung. Das größere Auflösungsvermögen der Schumann-Schicht hat zur Folge, daß auf dem kleinen Bildausschnitt von  $30 \times 45$  mm

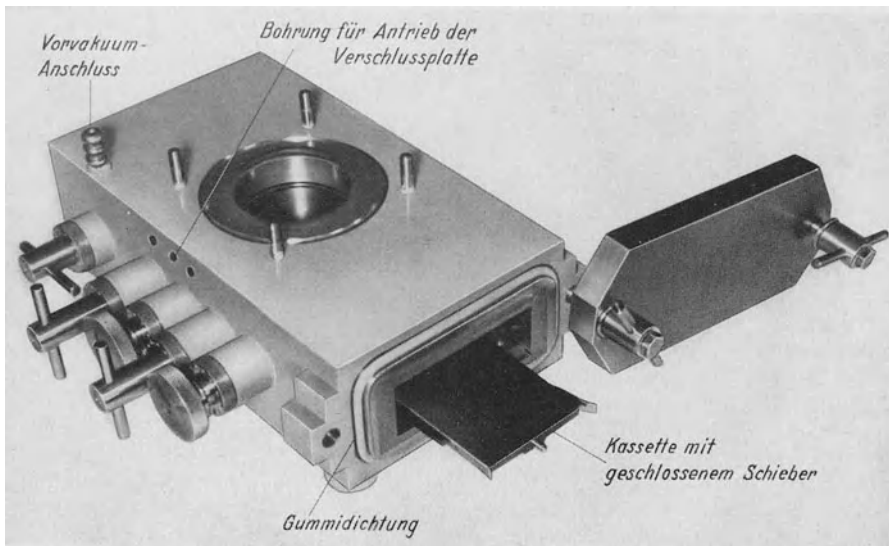


Abb. 206. Seitenansicht der Plattenkamera bei geöffneter Abschlußplatte.

sich der gleiche Bildinhalt (Bildelementzahl!) unterbringen läßt wie auf einer normalen photographischen Platte von etwa  $18 \times 24$  cm Format. Diese Zahlenwerte mögen genügen, um die Anwendung des *Kleinbildprinzips* in der Elektronenmikroskopie nachdrücklich zu befürworten. Die selbstverständlich notwendige *optische Nachvergrößerung* der so erhaltenen Kleinformatbilder erleichtert



das Abgleichen der Gesamtvergrößerung auf bestimmte geradzahlige Werte, sowie die Auswahl gewünschter Ausschnitte aus dem Gesichtsfeld. Ihre Notwendigkeit ist daher keineswegs als Nachteil zu werten.

Unmittelbar oberhalb der Kameraöffnung befindet sich, mit einem Leuchtschirm versehen, der *photographische Verschuß*. Mit Hilfe eines Schriffes kann die Verschußplatte in weniger als  $\frac{1}{10}$  s geöffnet oder geschlossen werden.

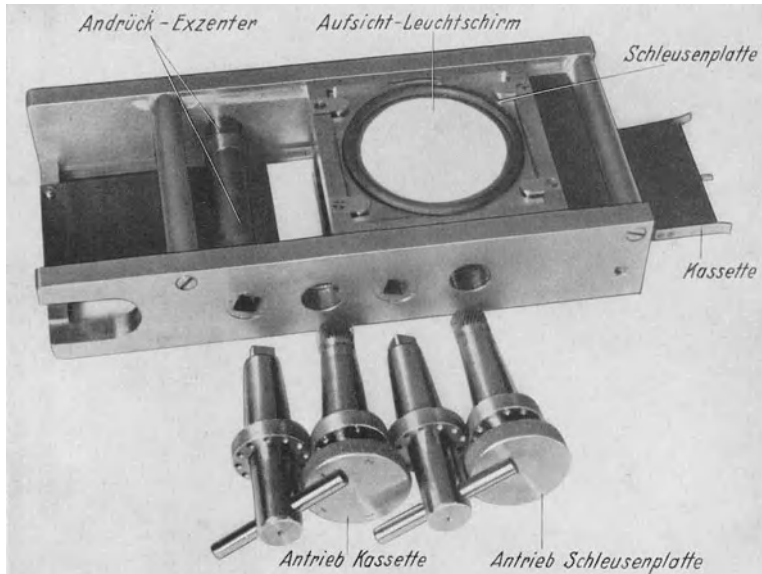


Abb. 207. Ansicht des Doppelschlitteneinsatzes der Kamera.

## VII. Die Scharfstellung.

Zur Einleitung der ersten Inbetriebnahme des Instrumentes ist die Zentrierung der Polschuhe (bzw. Elektroden) und Blenden durch eine lichtmikroskopische Hilfseinrichtung mit Drehtisch zu kontrollieren bzw. durchzuführen. Vor Einschaltung der Beschleunigungsspannung muß unter Vakuum durch Bedienung der Justierschrauben am Kathodensystem dafür gesorgt werden, daß der von der Kathode ausgehende Lichtkegel zentral zur Mitte der Bohrung der obersten Zentrierblende liegt. Anschließend ist nach Einschaltung der Beschleunigungsspannung und nach Einregelung einer 1 bis  $4 \cdot 10^{-4}$  A Anodenstrom ergebenden Wehnelt-Zylinderspannung die Justierung des Strahlerzeugungssystems so nachzustellen, daß die Mitte des Emissionskegels über der Zentrierblendenbohrung liegt. Zur weiteren *Zentrierung des Instrumentes* bleiben zunächst sämtliche Linsen stromlos, und es werden die Kondensorstellungen etwa auf die Nullage gebracht. Leichte Nachstellungen am Strahlerzeugungssystem bewirken sodann, daß die Strahlung nach Durchtritt durch die Objektivblende (große Öffnung anwenden!) auf den Zwischenbildleuchtschirm und nach einer weiteren Feineinstellung durch den Zwischenbildschirm hindurch auf den Endbildleuchtschirm gelangt. Hierauf wird jener Objektivstrom eingeschaltet, der für die betreffende Beschleunigungsspannung beste Bildscharfe ergibt. Die ungefähre Größe des betreffenden Stromwertes läßt sich durch Zwischenbildbeobachtung eines besonders definierten Objektes, z. B. eines beruhten Objekt-

trägerrandes, bei der ersten Einstellung leicht auffinden. Sodann wird zur ersten elektronenoptischen Nachzentrierung der Objektivblendenlage jener Wert der Blendkoordinaten herbeigeführt, bei dem die Änderung des Objektivstromes zwischen Null und Scharfstellung keine Auswanderung des Leuchtfleckes auf dem Zwischenbildschirm zur Folge hat. Im weiteren Zuge der ersten Justierung des Instrumentes wird nun bei Einstellung auf vollen Objektivstrom der Kondensatorstrom langsam gesteigert, bis das Helligkeitsmaximum auf dem Leuchtschirm erreicht ist. Parallel zur Steigerung des Kondensatorstromes hat eine Nachstellung der Neigung und horizontalen Verstellung des Kondensatorsystemes einherzugehen, durch die immer wieder auf größte Helligkeit nachzuregeln ist. Nach der Abgleichung des Kondensatorsystemes erfolgt die zweite elektronenoptische Zentrierung der Blendlage bzw. die Kontrolle dieser Zentrierung durch Prüfung der Auswanderung des Zwischenschirmbildes bei Veränderung des Objektivstromes zwischen Null und Scharfstellungswert. Zeigt sich, daß der durch die Objektivblende bestimmte, beleuchtete Gesichtsfeldausschnitt nicht über der Mittelbohrung des Zwischenbildschirmes sich befindet, so muß diese Lage durch Nachjustierung der Objektivspule herbeigeführt werden. Zur Kontrolle, ob die Instrumentenzentrierung richtig vorgenommen ist, kann nun der Objektivsatz herausgenommen und mit der optischen Hilfseinrichtung geprüft werden, ob die Blende mit optischer Zentriergenauigkeit in der Mitte der Linsenbohrungen liegt. Ist dies nicht der Fall, so liegt ein Fehler bei der Zentrierung vor, z. B. schiefe Bohrung der Linsenelektroden usw. Sind die Bedingungen für beste Schärfe des *Zwischenbildes* ermittelt, und ist der gewünschte Objektausschnitt in die Mitte des Zwischenbild-Fluoreszenzschirmes gerückt, so tritt an die Stelle der Zwischenbildbeobachtung die *Projektionsbild-* bzw. *Endbildbeobachtung*. Die Orientierung im Objekt und die Einstellung auf beste Endbildschärfe durch Feinnachregelung der Objektivbrennweite gelingt besonders leicht, wenn die Brennweite der Projektionslinse stufenweise verkürzt wird, so daß der Übergang zu den höchsten Gesamtvergrößerungen des Instrumentes nicht plötzlich, sondern schrittweise erfolgt. Sind die besten Scharfstellungsbedingungen einmal gefunden, so lassen sich diese über längere Zeiträume bis zur Durchführung einer oder mehrerer photographischer Belichtungen oder auch während längerer photographischer Belichtungszeiten aufrechterhalten, wenn das Elektronenmikroskop, wie bei der beschriebenen Anlage, mit einer *Hilfseinrichtung zur Kontrolle der Schärfeneinstellung* (Kapitel H I 2) verbunden ist. Unentbehrlich wird diese Hilfseinrichtung, wenn *Reihen-* *aufnahmen mit stufenweise geänderten Scharfstellungsbedingungen* durchgeführt werden sollen, denn nur mit Hilfe einer solchen Einrichtung lassen sich jene Scharfstellungsbedingungen reproduzieren, die die günstigste Bildschärfe einer solchen Aufnahmekette ergeben haben.

Zur genauen Eingrenzung der besten Endbildschärfe — insbesondere bei schwachen Leuchtbildintensitäten — leistet das zweite im Abschnitt B II 9c beschriebene Hilfsverfahren gute Dienste. — Nach erfolgter Zentrierung und Scharfstellung genügt zum Übergang auf Dunkelfeld, sowie zur Einstellung kleinerer Objektivblenden die Betätigung des Blendzungenvorschubes. Speziell nach vorausgegangener lichtoptischer Eichung des Blendenvorschubes und bei genauer Ausrichtung der Blendkanäle auf der Blendzunge gestaltet sich der Übergang zu anderen Blenddurchmessern außerordentlich einfach und erfordert keine Nachjustierungen.

Im Interesse guter Bildschärfe und Intensität ist sehr darauf zu achten, daß der größte Bildhelligkeit ergebende Kondensatorstromwert (Abbildung der Kathode auf die Objektebene) nicht überschritten wird. Jedes Überschreiten bedingt eine starke Abnahme der Intensität. Praktisch empfiehlt es sich, auch

schon um eine Überlastung der Objekte zu vermeiden, mit Kondensorstromwerten zu arbeiten, die etwas unterhalb desjenigen Stromwertes liegen, der maximale Beleuchtungsintensität vermittelt.

Bei manchen Objektarten, beispielsweise bei der Untersuchung von Viren auf Objektträgerfolien, werden durch die Objektpartikel nur sehr geringe Kontrastunterschiede hervorgerufen, die zwar auf der photographischen Aufnahme noch hinreichend sichtbar sind, die jedoch nicht mehr genügen, um bei lichtschwacher visueller Beobachtung die Bedingungen bester Schärfe zu ermitteln. In solchen Fällen empfiehlt es sich, einen *Kunstgriff* anzuwenden, den der

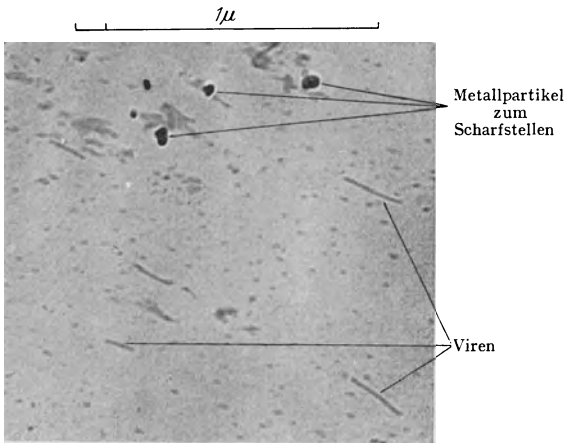


Abb. 208. Mit aufpräparierte kolloide Metallpartikel zur Scharfeinstellung visuell nicht mehr wahrnehmbarer Virusstäbchen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Verfasser zur Erleichterung der Schärfeneinstellung beim Rastermikroskop vorgeschlagen und angewendet hat. Dieser Kunstgriff besteht darin, auf die Objektträgerfolie neben oder zwischen die zu untersuchenden Objektpartikel weitere äußerst feine Partikel aus Metall oder Metallsalzen einzustreuen. Beispielsweise ließen sich solche *Kontrastpartikel* leicht auf die Trägerfolie bringen, indem am Rande oder auf der einen Hälfte der Folie kleine Bleisulfatkristalle mit Hilfe von Tröpfchen der entsprechenden Lösungen (Bleiazetat in Wasser gelöst und verdünnte Schwefel-

säure) unmittelbar auf der Folienoberfläche ausgefällt wurden. Besonders geeignet zur Erleichterung der Scharfstellung sind Partikel von kolloidalem Gold, deren definierte Begrenzungen auch bei sehr lichtschwachen Fluoreszenzschirmbildern gut erkennbar blieben. Ein Elektronenbild von Viren und kolloidalen Metallteilchen mit 2 bis  $5 \cdot 10^{-5}$  mm Durchmesser vermittelt Abb. 208. Daneben sind zarte kugelförmige Gebilde sichtbar, die wahrscheinlich Eiweißmoleküle mittlerer Größe darstellen. Die verwendeten Lösungen von kolloidalem Metall dürfen keine Schutzkolloide und keine Salze enthalten. Brauchbar sind z. B. Goldsole der Firma Imhausen & Co. in Witten/Ruhr. Eine möglichst kontrastreiche Darstellung feinsten organischer Teilchen gelingt um so eher, je dünner die Trägerfolie bei der Streuung angepaßter Objektivapertur ist. Gute Kontraste sind jeweils nur so lange zu erwarten, als die Massendicke der Trägerfolie nicht groß ist gegenüber der Massendicke feinsten Objekte.

Mit dem in diesem Buchabschnitt ausführlich beschriebenen Universal-elektronenmikroskop sind die meisten im Rahmen dieses Buches reproduzierten Elektronenaufnahmen, sowie alle Stereoaufnahmen erzielt worden. Die von den verschiedenen Objekten erhaltenen Bilder sind anschauliche Belege für die Möglichkeiten und Leistungsfähigkeit dieser Anlage.

# K. Die praktische Ausführung der Elektronensonden-Mikroskope.

## I. Die Dimensionierung.

Die verschiedenen Einflüsse, die das Leistungsvermögen der Sondenmikroskope bestimmen, finden sich im Abschnitt C quantitativ behandelt. Dort sind auch die Grundgleichungen dieser Instrumente angegeben, die ihre optimale Dimensionierung gestatten. Die Mitteilungen im vorliegenden Abschnitt können sich daher auf die Angabe der Daten praktisch ausgeführter Anlagen, sowie auf die Beschreibung der Konstruktions- und Schaltungseinzelheiten beschränken. Ebenso wie in den theoretischen Abschnitten wird von einer Spezialisierung dieser Mitteilungen auf die verschiedenen Sondenmikroskoptypen nach Möglichkeit abgesehen. Dieses Vorgehen ist deswegen gerechtfertigt, weil sowohl bei den Rastermikroskopen als auch bei den Elektronen- und Röntgenstrahlen-Schattenmikroskopen der weitaus überwiegende technische Aufwand in der allen Sondenmikroskopen gemeinsamen Anordnung zur Herstellung der feinen Elektronensonde liegt.

Zu den wichtigsten Größen der Dimensionierung gehören Öffnungsverhältnis und Brennweite der die Elektronensonde in der Hauptsache bestimmenden letzten Verkleinerungsoptik. Wie die in den theoretischen Abschnitten angegebenen Beziehungen erkennen lassen, sind die maßgebenden Abbildungsfehler der Elektronensonden-Mikroskope, der Brennweite des Objektivs proportional. Man wird daher zunächst bei der Konstruktion danach streben, möglichst kurze Objektivbrennweiten für die gegebenen Voltgeschwindigkeiten der Elektronen zu erreichen. Hier sind schon oben ausführlich besprochene Grenzen durch die Zunahme der Feldstärken zwischen den Linsenelektroden bzw. durch magnetische Überbelastung der Polschuhspitzen gegeben. Diese Grenzen liegen für Anodenspannungen von 10 bis 20 kV, die z. B. beim Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop und für besondere Anwendungen des Rastermikroskops gegeben sind, bei etwa 0,5 mm Brennweite. Für Anodenspannungen von 60 kV, die beim Elektronen-Schattenmikroskop und beim Elektronen-Rastermikroskop günstige Betriebspannungen darstellen, kann praktisch zur Zeit mit Brennweiten von bestenfalls etwa 1 bis 1,5 mm gerechnet werden.

Der kleinste Querschnitt der Elektronenquelle ist auf den Betrag des Auflösungsvermögens zu verkleinern, damit die größte, jeweils mögliche Sondenintensität gegeben ist. Wird die Verkleinerung zu stark eingestellt, so nimmt der Sondenstrom unnötig ab, umgekehrt leidet bei zu schwacher Verkleinerung das Auflösungsvermögen. Die früher besprochenen Strahlerzeugungssysteme liefern je nach Wehnelt-Zylindervorspannung Anfangsquerschnitte zwischen 0,1 und 0,5 mm Durchmesser. Für Sondenschärfen im Bereich  $10^{-4}$  bis  $10^{-6}$  mm sind daher Verkleinerungen von  $10^{-3}$  bis über  $10^{-5}$  notwendig. Damit die Mikroskopbaulängen sich in vernünftigen Grenzen halten, wird man bei allen Verkleinerungen von mehr als  $10^{-3}$  zwei Verkleinerungsstufen mit kurzbrennweitigen Elektronenlinsen anwenden. Das Abgleichen der Verkleinerung erfolgt stets durch Brennweitenänderung der ersten Verkleinerungsstufe, da bei der zweiten Stufe aus den oben besprochenen Gründen immer mit möglichst kurzer Brennweite zu arbeiten ist.

Beim *Rastermikroskop* hängt die weitere Dimensionierung davon ab, ob in Aufsicht oder in Durchsicht und mit welchem Elektronenindikator gearbeitet wird. In diesem Abschnitt soll der Fall der Objektbeobachtung in Durchsicht und photographischer Registrierung ausführlicher behandelt werden, weil er technisch am weitesten durchgebildet worden ist und bei ihm ungewöhnliche Konstruktionsprobleme auftreten. Für die sehr wichtige Betriebsweise einer Objektbeobachtung in Aufsicht und einer Registrierung der durch die Objektstruktur gesteuerten Elektronen mit Hilfe eines Sekundäremissionsverstärkers brauchen hier weitergehende Mitteilungen über die konstruktiven Daten nicht gegeben zu werden, da schon im Abschnitt C II 9 c die entsprechenden Angaben sich finden. Bei photographischer Registrierung von Elektronen, die das Objekt durchstrahlen, muß die Dimensionierung der Abstände hinter dem Objekt so getroffen sein, daß der Durchmesser des registrierenden Elektronenfleckes möglichst nicht wesentlich größer ist als das Auflösungsvermögen der benutzten Photoschicht für Elektronen der verwendeten Voltgeschwindigkeit. Die Erfüllung dieser Forderung führt zu Abständen der Größenordnung eines Millimeters. Da andererseits die Registriereinrichtung zusammen mit den Antriebsvorrichtungen nicht unerhebliche Räume beansprucht, wird es notwendig, die kurzbrennweitigen Elektronenlinsen, abweichend von den meisten oben besprochenen Konstruktionen, so auszuführen, daß das eigentliche Linsenfeld sehr nahe an der einen Endfläche des Objektivs liegt. Ein Objektivsystem, das dieser speziellen Sachlage konstruktiv Rechnung trägt, wird weiter unten besprochen werden.

Ähnliche Verhältnisse wie bei dem Rastermikroskop bestehen bei der Dimensionierung des Registrierraumes beim *Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop*. Von einer Behandlung der praktischen Ausführung dieses Instrumentes soll im Rahmen dieses Abschnittes abgesehen werden, da bereits im Abschnitt C I 1 c sich weitergehende konstruktive Vorschläge finden.

Bei dem *Elektronen-Schattenmikroskop* muß, ebenso wie bei dem Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop, das Abstandsverhältnis der Strahlungsquelle (Sondenspitze) zu Objekt und Photoschicht so gewählt werden, daß eine Strecke vom Betrag des Auflösungsvermögens etwa auf den Betrag des Auflösungsvermögens der Photoschicht für die betreffende Strahlung vergrößert wird. Durch diese Forderung ist das Streckenverhältnis festgelegt. Die absolute Größe der Strecken richtet sich nach dem Aperturwinkel der abbildenden Strahlung, der die Größe des Gesichtsfeldes festlegt. Bei dem Elektronen-Schattenmikroskop, wo mit dem kleinen Aperturwinkel der Elektronensonde gerechnet werden muß, liegt der erforderliche Abstand der photographischen Schicht in der Größenordnung 50 cm, so daß bei diesem Abbildungsverfahren die durch die Registriereinrichtung gegebenen konstruktiven Hemmungen sehr klein sind.

## II. Herstellung der Elektronensonde.

Zwei Beispiele von Anordnungen zur praktischen Herstellung von Elektronensonden submikroskopischer Feinheit sollen in diesem Abschnitt beschrieben werden. Das erste Beispiel ist in Abb. 209 dargestellt und gibt eine Schnittzeichnung des weiter unten abgebildeten *Elektronen-Rastermikroskopes für Durchsichtbeobachtung* und *photographische Registrierung* wieder<sup>1</sup>. Hier wird die Elektronensonde mit Hilfe kurzbrennweitiger magnetischer Polschuhlinen hergestellt.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Das Elektronen-Rastermikroskop. Praktische Ausführung. Z. techn. Phys. Bd. 19 (1938) Heft 11 S. 407.

Die Bauart ist so gewählt, daß sich oben das auf Hochspannung liegende Kathodensystem befindet. Die vom Wehnelt-Zylinder umgebene Kathode kann mit Hilfe des angedeuteten Schliffes leicht ausgewechselt werden. Über den Pumpanschluß *I* wird der das Strahlerzeugungssystem umgebende Teil des Entladungsraumes besonders gut evakuiert. Um eine Kühlfalle mit flüssiger Luft und die Erschütterungen durch die bekannten Stöße in Quecksilberdiffusionspumpen zu vermeiden, erfolgt die Evakuierung bei dem gezeichneten Modell durch ein Leybold-Apiezonpumpenaggregat. Durch den Hahn kann das Strahlerzeugungssystem während der Objektauswechslung oder der Auswechslung von photographischem Material abgetrennt werden.

Bei guter Ausrichtung des Strahlerzeugungssystems wird die Zentrierblende *I*, die auf ihrer oberen Seite mit einem Leuchtschirm belegt ist, gleichmäßig mit Elektronen bestrahlt. Die Güte der Zentrierung kann durch das gezeichnete Beobachtungsfenster kontrolliert werden. Unmittelbar hinter dieser Blende befindet sich als Verkleinerungsoptik *I* eine magnetische Polschuhlinse. Die Aperturblende dieses Objectives, die hier nur die Aufgabe erfüllt, Streuelektronen abzufangen, hat einen Durchmesser von 0,5 mm. Liegt diese Blende im Schwerpunkt der Optik, so gelingt es, die Brennweite der ersten Optik und damit die in dieser Stufe erzielte Verkleinerung dadurch abzuschätzen, daß der auf der Zentrierblende *II* erkennbare Durchmesser der leuchtenden Kreisfläche in Verhältnis gesetzt wird zum Blendendurchmesser der Optik *I*.

Zur Abschwächung der magnetischen Störfelder ist der Strahlengang zwischen den beiden Verkleinerungsoptiken durch dickwandige Permalloyrohre abgeschirmt.

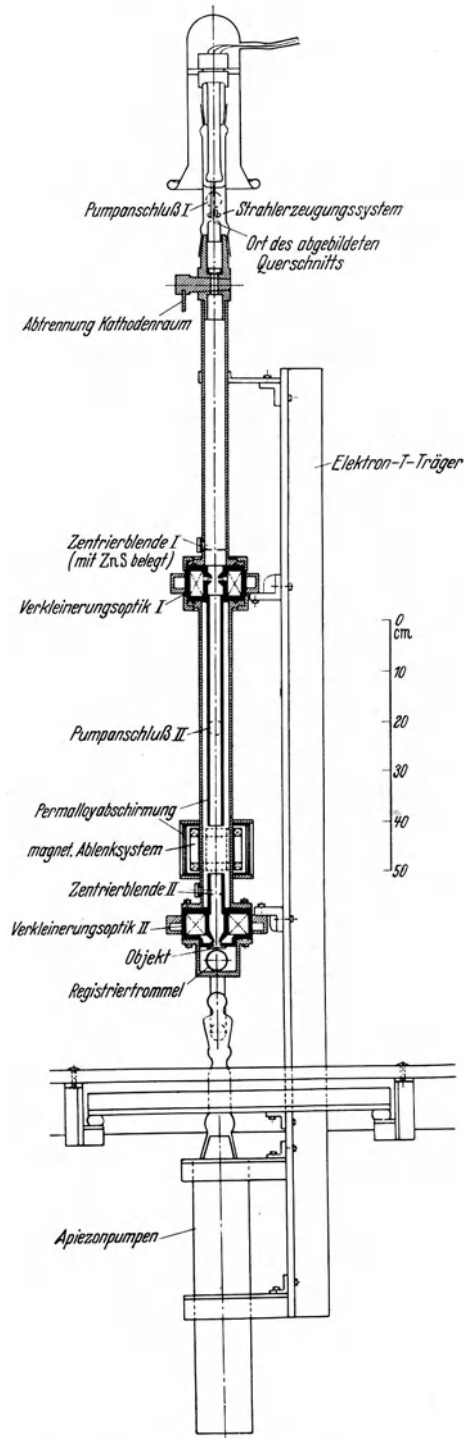


Abb. 209. Schnitt durch ein Elektronen-Rastermikroskop (schematisch).

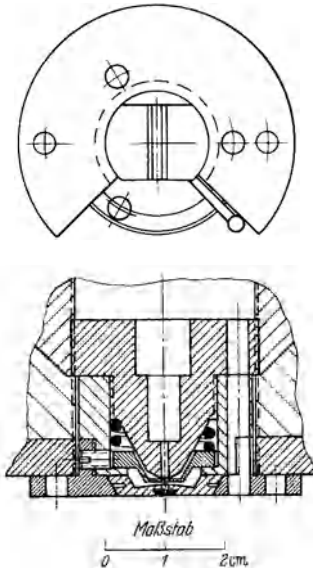
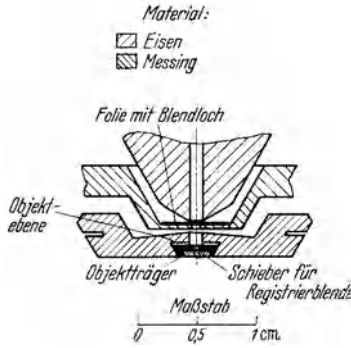


Abb. 210. Polschuhsystem mit auswechselbarem Polschuhobjektträger.

Die verschiedenen Bauelemente und die sie verbindenden Metallrohre werden durch den gezeichneten T-Träger getragen, an dem unten zugleich die Pumpen befestigt sind.

Die zweite kurzbrennweitige Verkleinerungsoptik hat im Zusammenhang mit der Objektwechsellvorrichtung und der photographischen Registriereinrichtung eine besondere konstruktive Durcharbeitung erfahren, über die im folgenden berichtet werden soll.



Der große Raumbedarf der photographischen Registriereinrichtung und der Raumbedarf der Objektträger und Objektwechsellvorrichtung zwingen beim Rastermikroskop zu Sonderkonstruktionen, solange die Forderung

nach möglichst kurzer Objektivbrennweite aufrechterhalten bleibt. Zwei solche Sonderkonstruktionen, die sich mit den eingetragenen Abmessungen bei Spannungen von 20 kV praktisch gut bewährt haben, sind in Abb. 210 und 211 wiedergegeben.

Der auf der Objektseite liegende *Polschuh* des Objektives ist in der ersten Abbildung ganz und in der zweiten Abbildung zum Teil als *auswechselbarer Objektträger* ausgebildet. Weitere Angaben zur Erläuterung finden sich in den beiden Zeichnungen rechts.

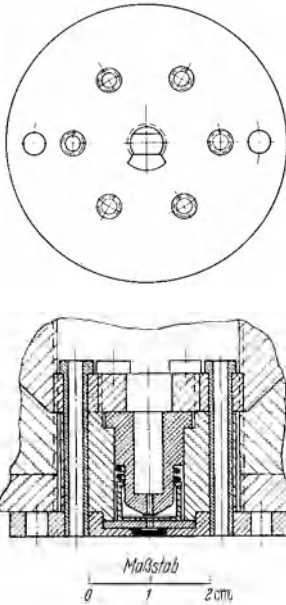
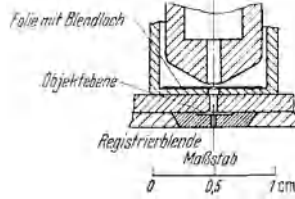


Abb. 211. Polschuhsystem mit auswechselbarem Weicheisenobjektträger.

Material:  
Eisen (hatched)  
Messing (cross-hatched)



Zwei charakteristische Ansichten von dem Objektivsystem nach Abb. 211 und seinen Bestandteilen vermitteln die Photographien Abb. 212 und 213. Die Konstruktion ist so gestaltet, daß

bei genügend genauer mechanischer Herstellung der Teile von vornherein eine gute Zentrierung erreicht wird. Die Güte der Zentrierung der beiden

Polschuhbohrungen gegeneinander beträgt etwa  $10^{-2}$  mm.

Die Blendhülse wird an der einen Seite durch eine Feder und an zwei anderen Seiten durch Madenschrauben gehalten. Durch Betätigung der Madenschrauben gelingt es nach den oben (F V 5) besprochenen Methoden leicht, die Zentrierung so weit zu bringen, daß die Abweichung der Mitte des Blendloches von der optischen Achse des Objektives kleiner bleibt als der Radius des Blendloches selbst.

Mit Hilfe eines Gewindes kann der obere Polschuh mehr oder weniger aus dem Gesamtsystem herausgedreht und damit ein größerer und kleinerer *Pol-schuhabstand* nachträglich herbeigeführt werden.

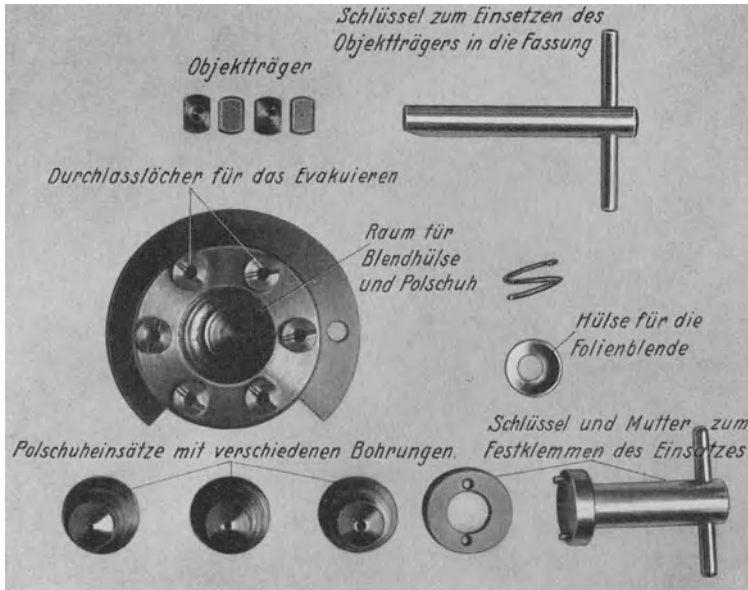


Abb. 212. Blick in das Innere des Polschuhsystems und die verschiedenen Bestandteile der Optik.

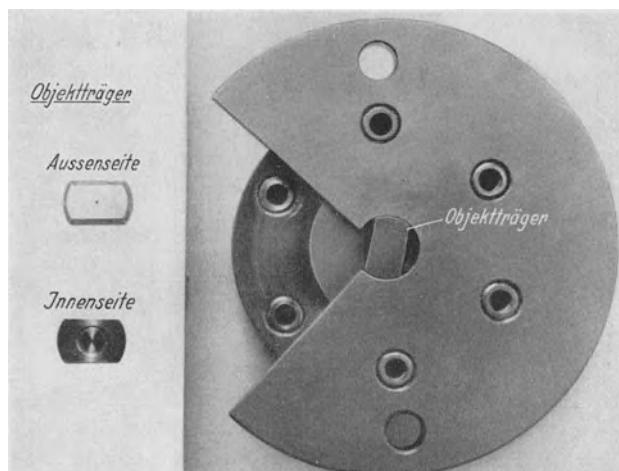


Abb. 213. Außenansicht des Polschuhsystems mit Objektträger-Einsätzen.

Um zu erreichen, daß das Feld wirklich an den Polschuhspitzen ansetzt, müssen auch hier wieder für Polschuhe und die Einsätze besonders hochwertige Spezialeisensorten Verwendung finden, die einen hinreichend kleinen magnetischen Widerstand auch im Gebiet hoher Magnetisierung besitzen. Der ebenfalls aus Spezialeisen hergestellte Objektträger dient zur weiteren Verstärkung der magnetischen Leitfähigkeit des auf der Objektseite liegenden Polschuhs.



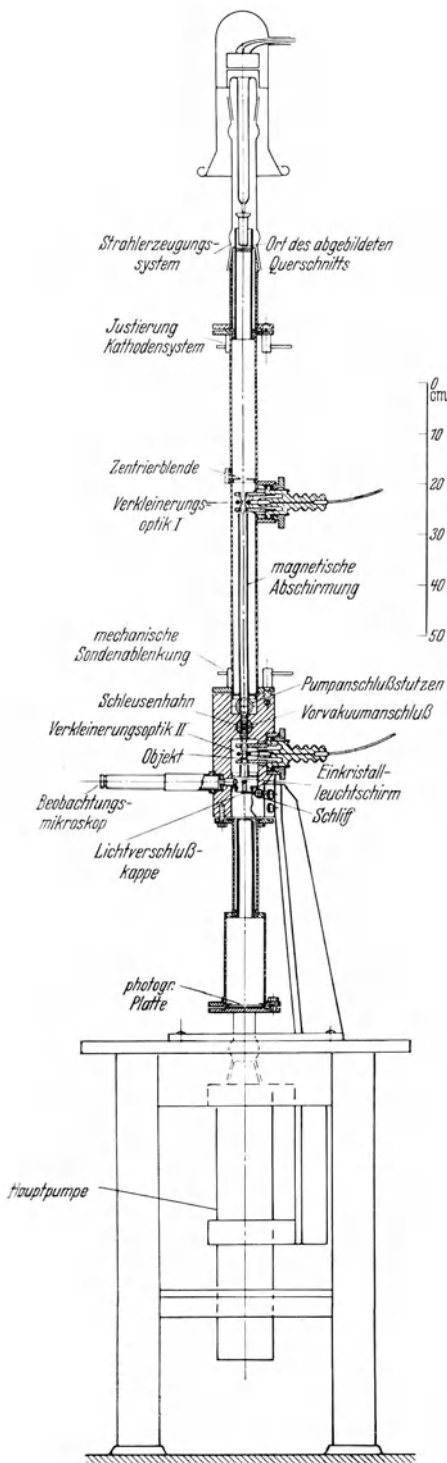


Abb. 214. Schnitt durch ein Elektronen-Schattenmikroskop (schematisch).

Der Objektträger wird mit Hilfe eines Schlüssels in die Fassung eingedreht. Seine richtige Lage wird durch einen auf Fassung und Objektträger aufgravierten Strich kontrolliert. Der Objektträger gestaltet sich auf diese Weise besonders einfach. Der Schlüssel zum Einsetzen ist so ausgeführt, daß der Objektträger an dem betreffenden Schlüsselende eingeklemmt wird.

Der von der Objektebene abgekehrte Teil der Bohrung des Objektträgers dient gleichzeitig als *Registrierblende* beim Elektronen-Rastermikroskop. Bei dem beschriebenen Objektivsystem ist die Entfernung zwischen der Objektebene und der Ebene der Registrierblende äußerst klein gehalten (0,85 mm), so daß die Konstruktion besonders für die Zwecke des Elektronen-Rastermikroskopes geeignet ist. Unmittelbar hinter dem Objektträger befindet sich bei dem besprochenen Rastermikroskop die auf eine Trommel aufgespannte, registrierende photographische Schicht.

Das zweite Beispiel, das in diesem Abschnitt für Anordnungen zur Herstellung der Elektronensonde gegeben werden soll, bezieht sich auf ein *Elektronen-Schattenmikroskop* (Bauart v. ARDENNE), bei dem gemäß der Zeichnung Abb. 214 die Elektronensonde durch kurz Brennweitige elektrostatische Einzellinsen erzeugt wird<sup>1</sup>. Das ganze Strahlerzeugungssystem kann mit Hilfe einer verstellbaren Gummidichtung jeweils so ausgerichtet werden, daß die Mitte des Elektronenstrahlbündels und die Mitte der Zentrierblende zusammenfallen. Auf einer zweiten mit Fluoreszenzmaterial belegten Blende, die in der Abbildung nicht gezeichnet ist und die sich unmittelbar oberhalb des Pumpanschlußstutzens vor einem weiteren Beobachtungsfenster befindet, kann Lage und Aussehen des von der ersten Verkleinerungsoptik ausgehenden Strahlenbündels beobachtet werden. Diese zweite Leuchtschirmblende erweist sich insbesondere dann als recht nützlich, wenn durch Staub oder Kristallpartikel die Blendbohrung der ersten Verkleinerungsoptik verunreinigt worden ist. In einem solchen Falle zeigen sich in der zweiten Leuchtschirmblende an Stelle der sonst gleichmäßig leuchtenden

<sup>1</sup> Eine ähnliche Konstruktion findet sich in H. BOERSCH: Das Elektronen-Schattenmikroskop I. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 11 S. 346.

Kreisfläche unregelmäßige Leuchtfiguren oder sogar Elektronenbeugungsbilder. Der gesamte Strahlengang zwischen den beiden elektrostatischen Verkleinerungslinsen ist durch dickwandige Permalloyrohre magnetisch abgeschirmt. Durch einen Schleusenahn kann der von der zweiten Verkleinerungsoptik beanspruchte Raum sowie der Kamerarum zum Objekt- oder Plattenwechsel abgetrennt werden. Zum Objektwechsel wird nach erfolgtem Lufteinlaß und nach Lösen des Überwurfringes die ganze untere Linseneinheit seitlich herausgenommen. Einen Blick auf das Elektrodensystem dieser Linseneinheit vermittelt die Photographie Abb. 215. Die Objektpatrone wird in die untere der beiden Außenelektroden eingesetzt.

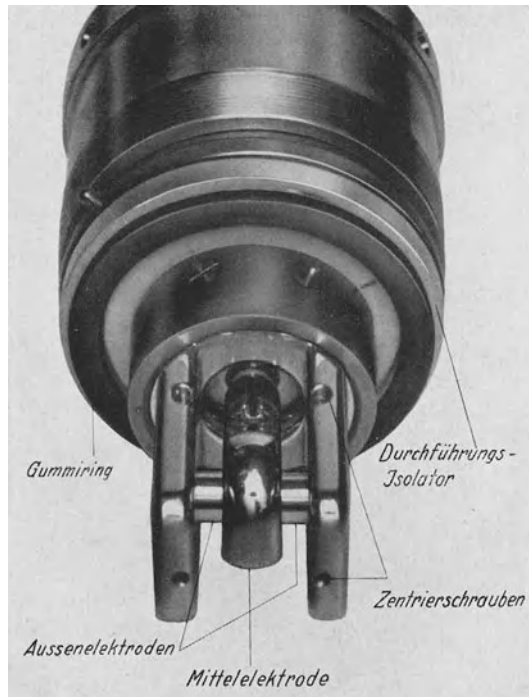


Abb. 215. Blick auf das Elektrodensystem der kurzbreitigen elektrostatischen Hochspannungslinse.

Um eine gewisse Orientierung über den von der späteren Aufnahme erfaßten Objektschnitt zu ermöglichen, kommt bei dem gezeichneten Schattenmikroskop ein besonderes optisches System zur Anwendung. Die Hauptbestandteile dieses Systems sind schematisch in Abb. 216 angedeutet. In geringem Abstand hinter dem Objekt wird mit Hilfe eines kleinen Schliffes ein kleines Prisma in den Strahlengang geschaltet, dessen dem Objekt zugekehrte Fläche einen Einkristall-Leuchtschirm trägt. Dieser Schirm wird über ein Lichtmikroskop, dessen Objektiv noch innerhalb des Vakuumraumes liegt, betrachtet. Da der Leuchtschirm an einer Stelle des Strahlenganges eingeschaltet ist, wo die Energie der abbildenden Strahlung sich noch nicht auf eine größere Fläche verteilt hat, bleibt eine ausreichende Intensität des Leuchtbildes trotz der geringen Energie der Elektronensonde gewährleistet.

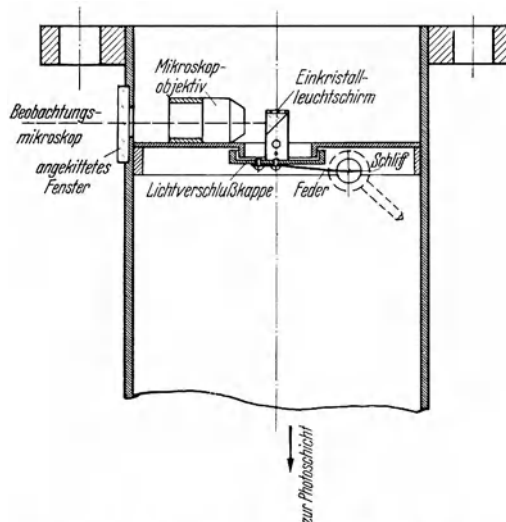


Abb. 216. Das optische System zur Einstellung der gewünschten Objektzone beim Schattenmikroskop.

Der kleine Abstand des Leuchtschirmes hat andererseits zur Folge, daß das Leuchtschirmbild relativ wenig vergrößert wird. Infolge der

geringen Vergrößerung entziehen sich die Feinheiten der Abbildung, die später in der photographischen Registrierung sichtbar werden, der visuellen Beobachtung; doch genügt das erhaltene Leuchtschirmbild vollkommen, um eine Orientierung über die Lage der Sonde vor dem Objekt zuzulassen. Das geschilderte Verfahren ist nur in Verbindung mit Einkristall-Leuchtschirmen anwendbar, da nur diese ein hinreichendes Auflösungsvermögen besitzen. Zur Einleitung der photographischen Aufnahme braucht bei der Einrichtung Abb. 216 lediglich der gezeichnete Schriff gedreht zu werden. Der Prismenträger ist gleichzeitig als Lichtverschlußkappe ausgebildet, so daß während der visuellen Beobachtung keine Strahlungsenergie in den Kamerarum dringen und nach dem Herumschwenken des Prismenträgers die Elektronenstrahlung ungehindert zur registrierenden Photoschicht gelangen kann.

Eine Orientierung über den erfaßten Objektausschnitt hat dann besonderen Wert, wenn Mittel vorgesehen sind, um die Lage des beobachteten Objektausschnittes während der Leuchtschirmbetrachtung zu verändern. Bei feststehendem Objekt wird es notwendig, die Lage der Elektronensonde zu verändern. Solche Lagenänderungen lassen sich entweder durch in den Strahlengang eingeschaltete Ablenkfelder variabler Stärke oder durch reelle seitliche Verschiebung des abgebildeten Querschnittes (zweckmäßig des Querschnittes hinter der ersten Verkleinerungsoptik) bewirken. Bei der Anordnung Abb. 214 wird die Sondenlage auf dem Objekt dadurch verschoben, daß der ganze obere Mikroskopteil mit Hilfe einer weiteren verstellbaren Gummidichtung verkantet wird. Damit die

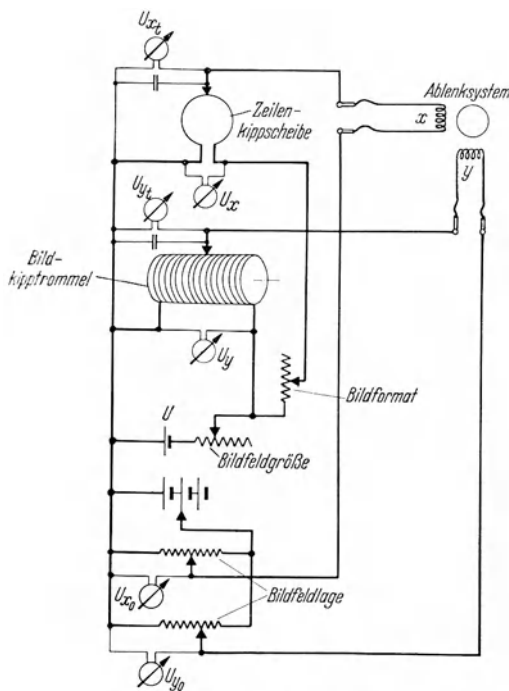


Abb. 217. Schaltung zur Ablenkung der Elektronensonde.

Sonde um  $1/100$  mm bewegt wird, braucht bei einer Verkleinerung von 1 : 100 die Verkantung nur eine Lagenänderung von 1 mm in der Ebene der ersten Verkleinerungsoptik zu bewirken. So kleine Verschiebungen ergeben noch keine Abnahme der Abbildungsgüte und bewirken weiterhin noch keine kritische Auswanderung des in der Kamera registrierten Bildes aus der Plattenmitte.

Während bei dem Elektronen-Schattenmikroskop die Sondenbewegung nur dazu dient, den Bildausschnitt in eine bestimmte Zone des Objektes zu rücken, kommt bei dem Elektronen-Rastermikroskop überhaupt erst durch die Sondenbewegung ein Bild zustande.

### III. Herstellung des Objektrasters beim Rastermikroskop.

Beim Elektronen-Rastermikroskop werden Sonde und Schreibfleck, wie bei einem Fernsehraster, in untereinanderliegenden Zeilen über Objekt- und Registrierfläche geführt. Die oben schon eingehend behandelten Intensitätsfragen zwingen dazu, je Bildelement Integrationszeiten von mindestens

0,01 s Dauer aufzuwenden. Werden Bilder von der Rasterfeinheit moderner Fernsehbilder verlangt, so liegt damit die Zeilenabtastrzeit in der Größenordnung einiger Sekunden und die Bilddauer in der Größenordnung von 10 bis 30 min.

Zur Herstellung von Ablenksfeldern so geringer zeitlicher Änderung erwiesen sich mechanisch gesteuerte *Schleifdrahtbrücken* in Verbindung mit vor der zweiten Verkleinerungsstufe um das Entladungsrohr gelegten Ablenkspulen als vorzüglich geeignet. Eine zur Ablenkung der Elektronensonde benutzte Schaltung ist in Abb. 217 wiedergegeben. Die an den beiden Schleifdrahtbrücken abgenommenen Teilspannungen, die zugleich die Klemmenspannungen an den Ablenkspulen bilden, können mit den angedeuteten Instrumenten laufend kontrolliert und in Verhältnis zu den ebenfalls gemessenen Klemmenspannungen der Brücken gesetzt werden. Einfache Regelwiderstände gestatten die Einstellung des

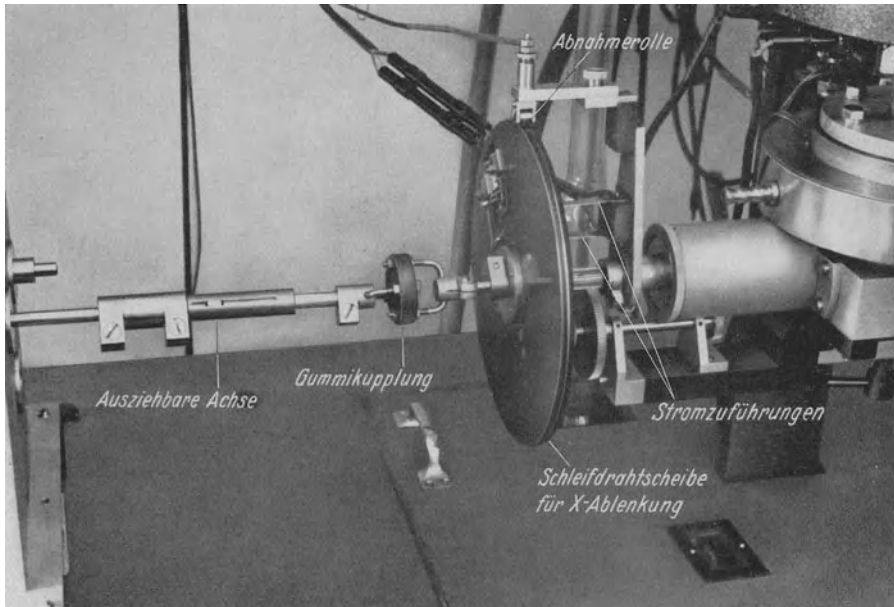


Abb. 218. Die Zeilenschleifdrahtscheibe auf der Trommelachse der photographischen Registriereinrichtung zur Steuerung der Sondenablenkung in X-Richtung.

*Objektrasterformates* und der *Objektrastergröße*. In Reihe mit den Rasterablenkspannungen liegen regelbare Gleichspannungen, die die *Rasterlage* auf dem Objekt in beiden Koordinaten zu verändern gestatten. Der Widerstand der Ablenkspulen ist groß gegenüber den Brückenwiderständen, so daß Belastungseinflüsse praktisch nicht gegeben sind.

Um Objektraster mit einer Seitenlänge von  $10^{-2}$  mm zu erreichen, genügt es, die Schleifdrahtbrücken aus einem 4 bis 6 Voltakkumulator zu speisen. Durch den Akkumulatorenbetrieb ist zugleich eine große zeitliche Konstanz der Zeilenablenkamplitude sichergestellt. Im Interesse großer Ablenkempfindlichkeit und um eine Begrenzung der Rastergröße durch Ausblendung zu vermeiden, sind die Ablenkspulen, wie auch aus Abb. 209 zu erkennen, möglichst dicht an die Verkleinerungsoptik II herangerückt.

Die Zeilenschleifdrahtbrücke muß genau synchron zu der Bewegung des Schreibfleckes auf der Wiedergabezeile gesteuert werden. Sie muß ferner so ausgeführt sein, daß unmittelbar nach Beendigung der Zeilenperiode die Ablenkspannung nach Art einer Kippkurve wieder auf den Anfangswert zurückgeht. Beide Forderungen lassen sich dadurch leicht erfüllen, daß die Brücke durch eine kreisförmig ausgeführte Schleifdrahtbrücke gebildet und daß der Antrieb dieser

Brücke starr mit dem Antrieb für die Bewegung des Schreibfleckes der Wiedergabeeinrichtung verkoppelt wird. Die Abbildung einer Schleifdrahtscheibe, die unmittelbar auf der Antriebsachse der Trommel einer photographischen Registriereinrichtung befestigt ist, vermittelt Abb. 218.

Für die Y (Bild-) Ablenkung genügt eine Trommel mit mehreren Windungen, wie sie beispielsweise in Abb. 219 abgebildet ist.

Die Eichung der Sondenablenkung, das heißt die Messung der Spannungsänderung an den Ablenkspulen, die einer bestimmten Lagenänderung der Sonden spitze auf dem Objekt zugeordnet ist, kann sehr einfach mit Hilfe des weiter unten besprochenen Spaltobjektes vorgenommen werden.

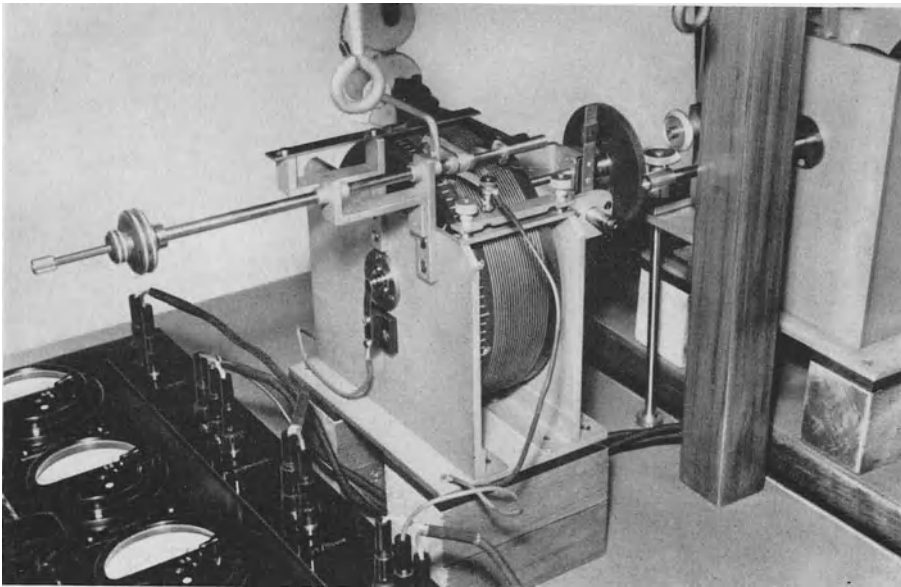


Abb. 219. Die Schleifdrahttrommel zur Steuerung der langsamen Sondenablenkung in Y-Richtung. (Im Vordergrund ein Teil der Schalttafel zur Einstellung der Rastergröße und der Rasterlage.)

#### IV. Die Registriereinrichtung der Sondenmikroskope.

Beim *Elektronen-Rastermikroskop für Durchsichtbeobachtung* mit photographischer Aufzeichnung der modulierten Elektronenenergien im Vakuum gelingt es unter relativ geringem Aufwand unmittelbar ein Bild des zu untersuchenden Objektes zu erhalten. Der Haupt Gesichtspunkt für die konstruktive Ausführung der photographischen Registriereinrichtung in Verbindung mit Objektiv und Objektträgersystem besteht darin, einen möglichst kleinen Abstand zwischen Objektebene und photographischer Schicht herbeizuführen. In der ersten Mitteilung<sup>1</sup> über das Elektronen-Rastermikroskop wurde erwähnt, daß mit Abständen „Objektschicht — photographische Schicht“ von 0,6 mm Schreibfleckdurchmesser von 0,02 mm erhalten worden sind. Ein diesem Schreibfleck zugeordnetes Bildformat hat Briefmarkengröße. Um zu diesen Zahlenwerten zu gelangen, sind erhebliche konstruktive Arbeiten notwendig gewesen. Der

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Das Elektronen-Rastermikroskop. Theoretische Grundlagen. Z. Phys. Bd. 109 (1938) Heft 9/10 S. 553.

Erreichung kleinster Abstände standen insofern besondere Schwierigkeiten entgegen, als bei dem Objektträgersystem die Forderungen nach bequemer Auswechslung des Objektträgers, stabiler Ausführung des letzteren sowie nach stetiger Objektverschiebung von außen zu erfüllen waren. Weiterhin wirkten die Wünsche nach bequemer Auswechselbarkeit der Registriertrommel und nach Anwendung des unten besprochenen Scharfstellungsverfahrens mit Hilfe einer hinter der Aufzeichnungsebene liegenden Fluoreszenzschicht ebenfalls im obigen Sinne erschwerend.

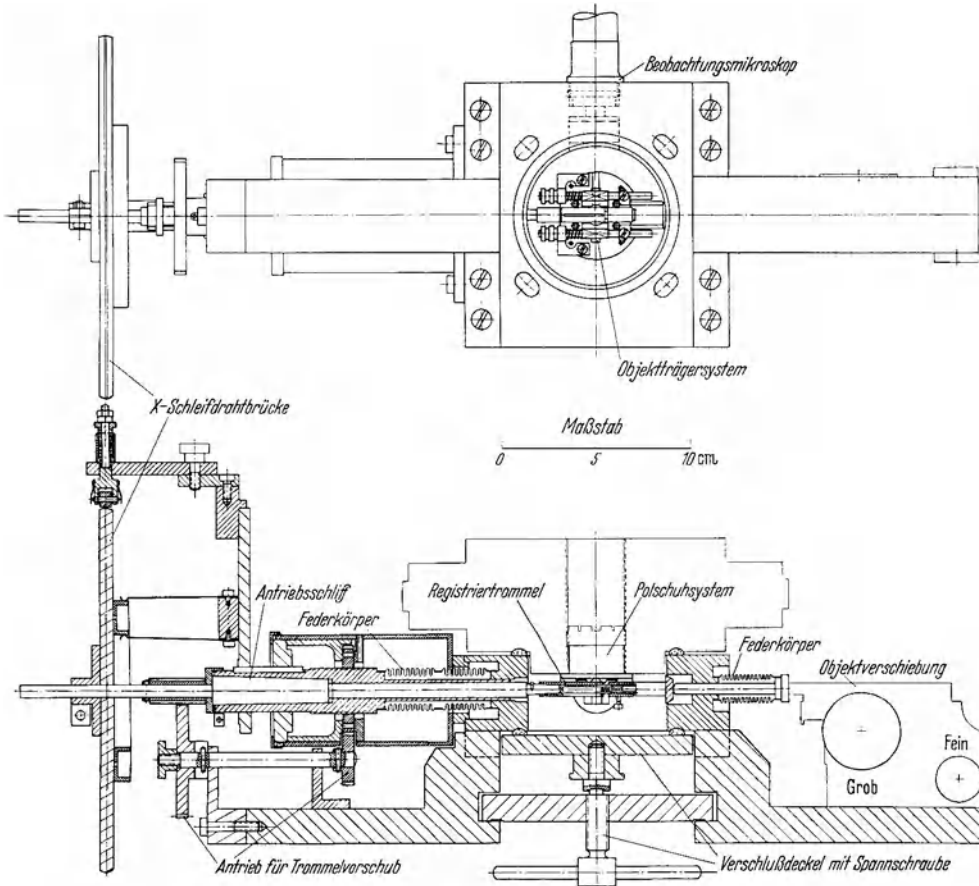


Abb. 220. Kleinformat-Registriereinrichtung eines Elektronen-Rastermikroskopes.

Die Gesamtkonstruktion einer *Kleinformat-Registriereinrichtung*, bei der das photographische Material auf eine kleine Registriertrommel aufgespannt wird, ist aus der Konstruktionszeichnung Abb. 220 zu ersehen. In Abb. 221 und 222 sind photographische Ansichten wiedergegeben, deren Blickrichtungen etwa die gleichen sind wie bei beiden Zeichnungen in Abb. 220. Zum besseren Verständnis der Konstruktion sind in der Zeichnung ebenso wie in den Photographien die wichtigsten Teile durch erläuternde Beschriftungen gekennzeichnet.

Der Antrieb der Registriereinrichtung erfolgt (in der Zeichnung von links) über eine ausziehbare Achse, in die zum Ausgleich von Richtungsungenauigkeiten eine massive Gummikupplung eingebaut ist. Über die nicht mehr gezeichnete Kupplung wird die Schliiffachse angetrieben, die bis zur Registrier-

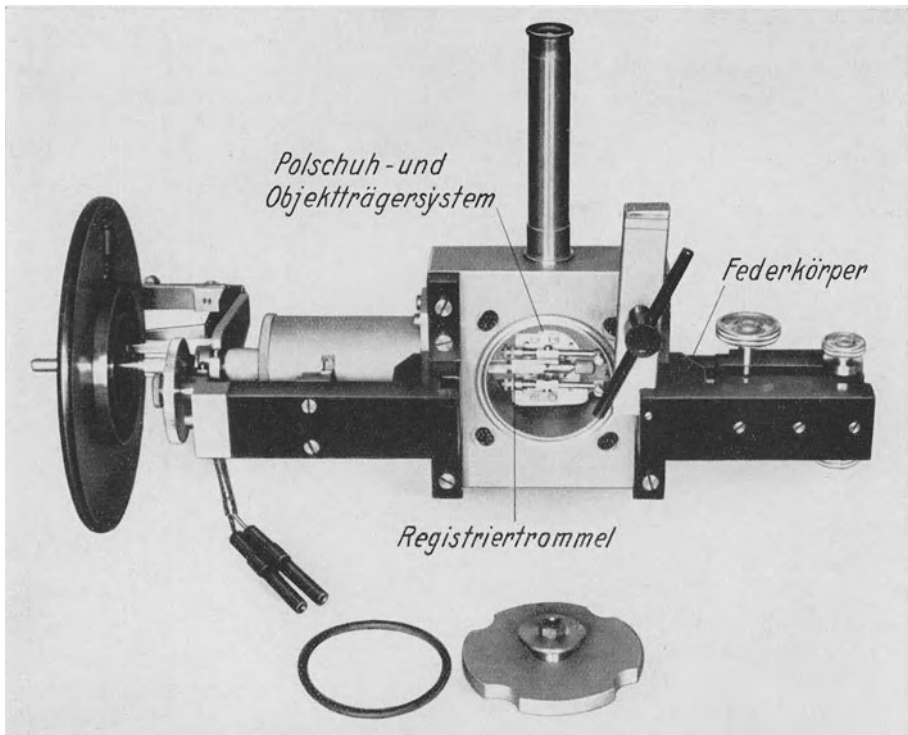


Abb. 221. Ansicht der Registriereinrichtung mit Objektträgersystem von unten.

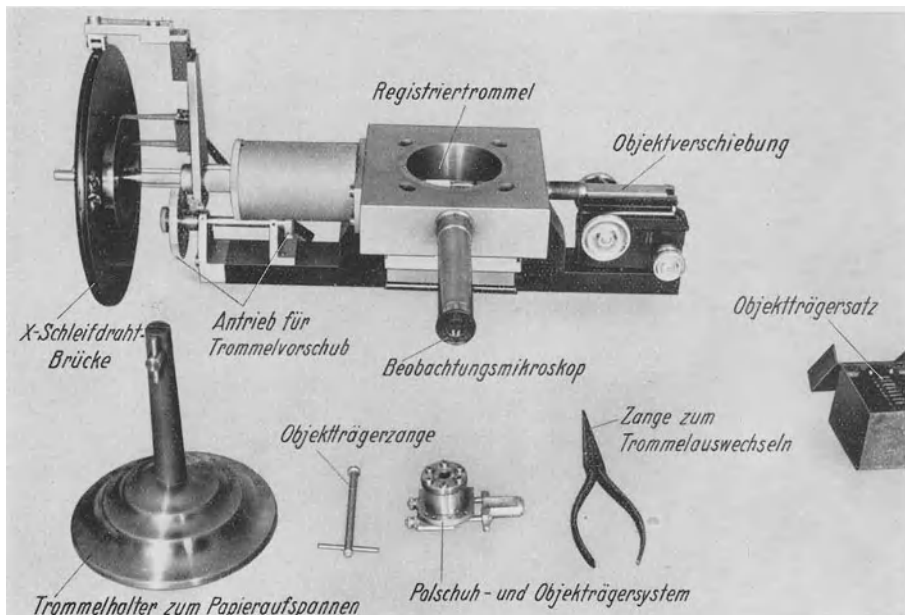


Abb. 222. Ansicht der Registriereinrichtung mit den verschiedenen Hilfsgeräten von vorne.

trommel durchgeführt ist. Auf dieser Achse befindet sich die X-Schleifdrahtbrücke, deren Unterbrechungsstelle stets so orientiert wird, daß ihr Winkelwert übereinstimmt mit der Papierunterbrechungsstelle der Registriertrommel. Die Abnahme der Brückenspannung erfolgt über die gezeichnete, verchromte Stahlrolle. Neben der Brücke befindet sich auf der Schliffachse ein Zahnrad, das über das gezeichnete Untersetzungsgetriebe den Schraubenantrieb des Trommelvorschubes bewirkt. Das Getriebe ist von außen leicht zugänglich, so daß Änderungen des Untersetzungsverhältnisses, das die Größe des Trommelvorschubs je Umdrehung der Hauptachse (Zeilenabstand!) bestimmt, noch nachträglich leicht durchführbar sind. Der Schraubenvorschub der ganzen Achse und damit der Registriertrommel wird erst durch die doppelten Federkörper ermöglicht, die ohne Ermüdung eine Achsenverschiebung um den Betrag von

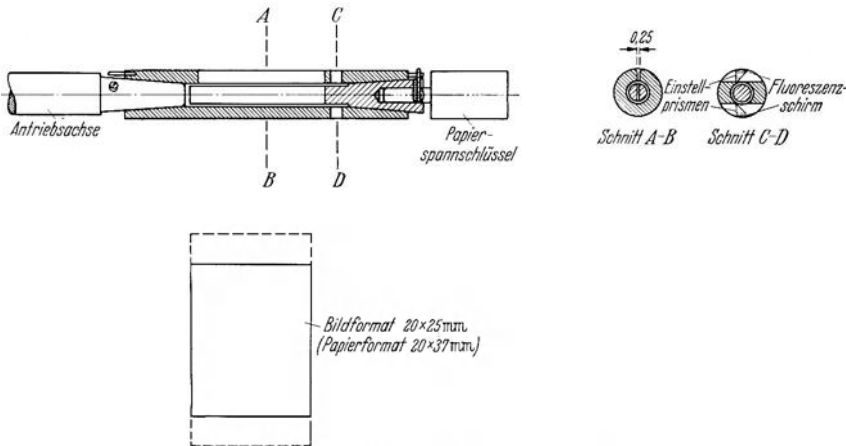


Abb. 223. Trommelteil der Registriereinrichtung.

20 mm gestatten. Die besprochene Konstruktionsweise hat den Vorteil, daß feine Gewinde und insbesondere feine Gewinde im Innern des Vakuumraumes, die die Evakuierung sehr erschweren, völlig vermieden sind.

Der Antriebsschliff, der die Abdichtung des Vakuumraumes nach außen vornimmt, ist nach Lösen der Andrückvorrichtung und der Kordelschraube für das große Zahnrad des Vorschubantriebes, leicht herauszunehmen. Die leichte Zugänglichkeit ist notwendig, da der Schliff vor jeder bzw. jeder zweiten Registrierung gefettet werden muß.

Die Registriertrommel wird nach Lösen der Spannschraube, Ausklappen der Spannbrücke und Entfernen des Verschlußdeckels leicht mit Hilfe der mit abgebildeten Zange vom Konus der Antriebsachse abgenommen. Eine Detailzeichnung des Trommelteiles der Registriereinrichtung vermittelt Abb. 223. Hervorzuheben ist, daß die Registriertrommel von beiden Seiten an den Konus aufgesteckt werden kann. Hierdurch und durch die gezeichnete Anordnung der Einstellprismen wird erreicht, daß Registrierungen sowohl im Hinlauf als auch im Rücklauf der Trommelvorschubrichtung durchgeführt werden können. Vermieden wird durch diese einfache Konstruktionsmaßnahme die Notwendigkeit eines zeitraubenden Rücklaufes zwischen den einzelnen Registrierungen. Eine Vorstellung von der Kleinheit der Abmessungen der Registriertrommel vermittelt die Aufnahme Abb. 224. Hier ist die Papierspannvorrichtung mit dem Schlitz aus der Trommel herausgenommen. Diese Ausführung der Spannvorrichtung hat sich vorzüglich bewährt, um ein tadelloses Anliegen des



photographischen Papiere an der Trommeloberfläche zu erzwingen. Um das Einspannen des Papiere im Dunkeln zu erleichtern, hat sich ein Trommelhalter als nützlich erwiesen, der in Abb. 225 in seiner Verwendung abgebildet ist.

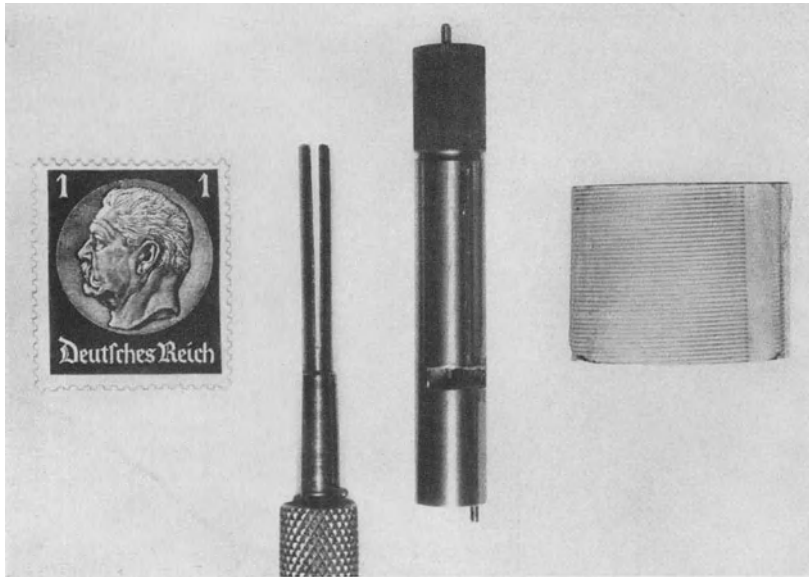


Abb. 224. Die Größenverhältnisse der zur Registriertrommel gehörenden Teile.

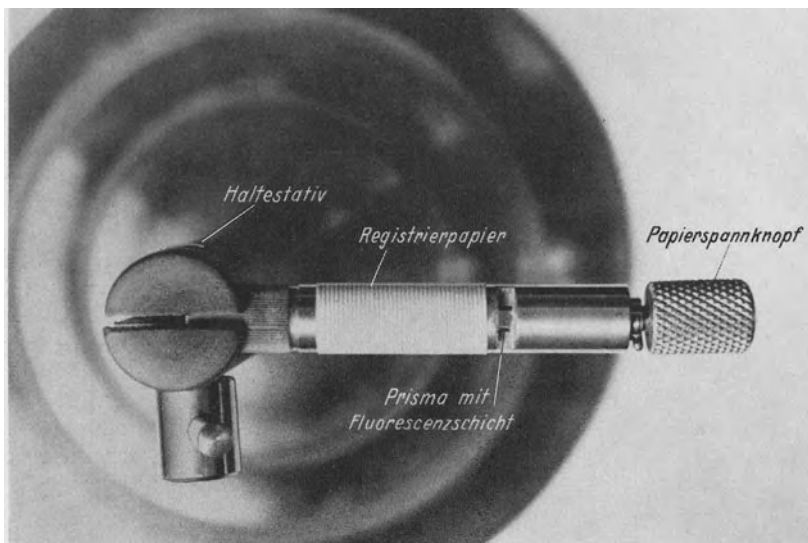


Abb. 225. Die Registriertrommel im Halter zum Papieraufspannen.

Die Registriertrommel und ihre Lagerung kann leicht so präzise ausgeführt werden, daß die Ebene der Photoschicht nur um etwa  $10^{-2}$  mm schwankt, so daß die Registrierung in der ganzen Bildfläche mit gleichmäßigem Abstand von der Objektschicht vor sich geht.

Die Lage der Registriertrommel gegenüber der Objektschicht und gegenüber dem ganzen Objektiv und Objektträgersystem vermitteln die Detailzeichnungen Abb. 226. Der sehr kleine Abstand von 0,55 mm zwischen Objektschicht und Photoschicht ist erst durch die aus Abb. 226 erkennbare Objektträgerform ermöglicht worden, dessen eine Begrenzungsfläche so zylindrisch

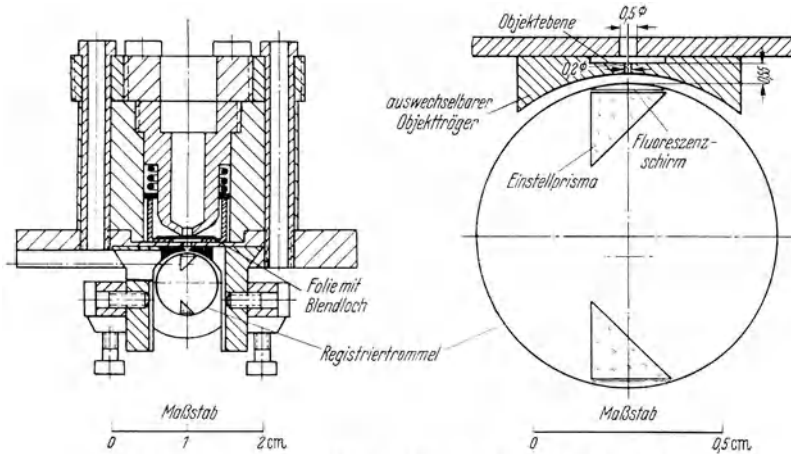


Abb. 226, Polschuh- und Objektträgersystem mit Registriertrommel.

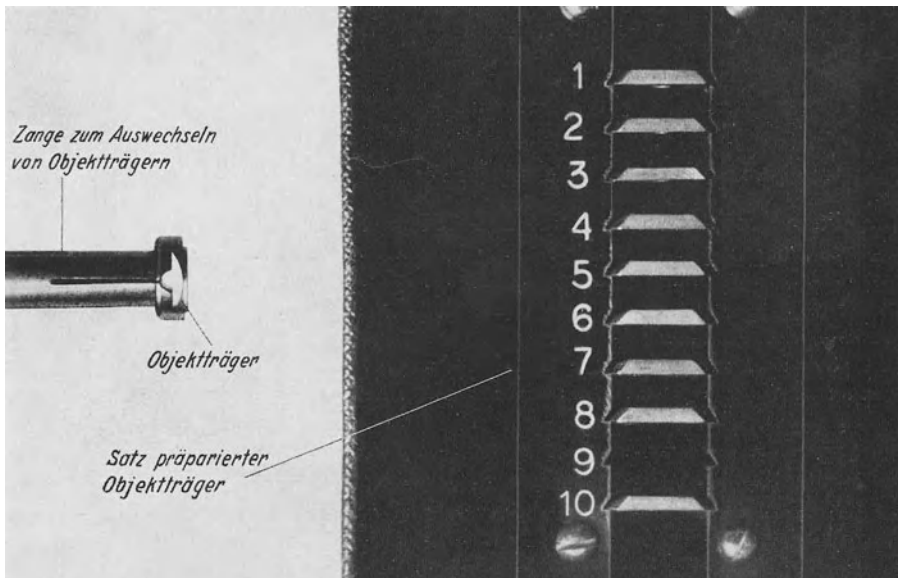


Abb. 227. Objektträger mit Auswechsellzange.

ausgeschliffen ist, daß sie sich der entsprechenden Trommelfläche anpaßt. Durch diese Objektträgerform wird erreicht, daß eine tadellose Stabilität und ausreichende Materialstärke gegeben ist, die unbedingt notwendig sind, um den Objektträger bei möglichst reproduzierbarer Objektlage mit Hilfe einer Zange auswechseln zu können. Die Seitenansicht eines Objektträgers in der Auswechsellzange vermittelt Abb. 227 links. Rechts sind in der gleichen Abbildung eine Anzahl weiterer Objektträger im Aufbewahrungskasten mit photographiert.

Die Anordnung des aus weichem Eisen hergestellten und sorgfältig vergoldeten Polschuhobjektträgers am Polschuhsystem des Objektives zeigt die Photographie Abb. 228. Das Gestänge und der Federmechanismus zur seitlichen Verschiebung des Objektträgers sind ebenfalls auf dieser Abbildung gut zu erkennen. Die seitliche Verschiebung, die speziell im Hinblick auf praktische Forderungen bei der Durchführung der Scharfstellung vorgesehen wurde, wird mit Hilfe eines geeichten Mikroskopheintriebes unter Zwischenschaltung eines Federkörpers vorgenommen. Diese mechanische Objektverstellung hat nur die Aufgabe einer Grobjustierung des Objektes, während die Feineinstellung der Lage des Objektrasters mit Hilfe der Gleichablenkfelder des Rastermikroskops durchgeführt wird.

Zur Dimensionierung der Trommelgröße und des Zeilenabstandes ist darauf hinzuweisen, daß auch hier die bekannte Forderung bei der Fernsbilderzeugung

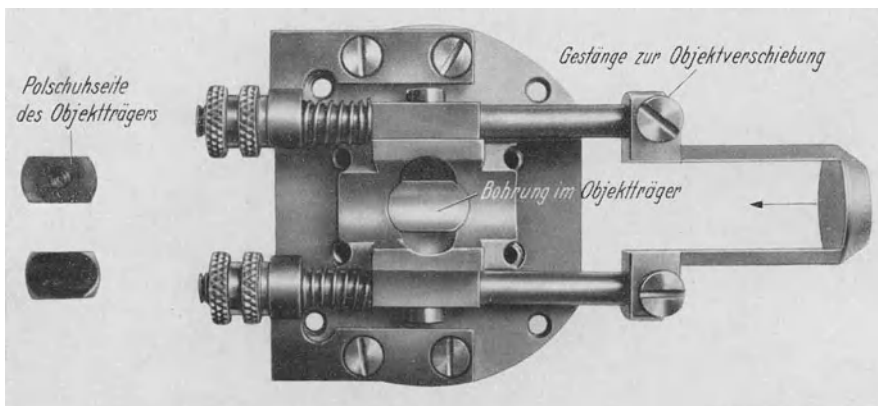


Abb. 228. Die Einrichtung zur Verschiebung des Objektträgers mit eingesetztem Objektträger.

zweckmäßig zu erfüllen ist: Querschärfe = Längsschärfe. Praktisch empfiehlt es sich, die Zeilenlänge etwa 500mal so lang wie den mittleren Schreibfleckdurchmesser und den Zeilenabstand etwas größer als letzteren zu wählen. Auf diese Weise ist sichergestellt, daß durch die Bildraasterung keine Minderung des Auflösungsvermögens erfolgt.

Die erzielte *lineare Vergrößerung des Rastermikroskopes* ist gegeben durch das Verhältnis der Zeilenlänge der Registrierung zur Länge der Zeile im Objektraster. Durch Wahl entsprechend kleiner Klemmspannungen an den Schleifdrahtbrücken kann die Größe des Objektrasters beliebig herabgesetzt werden und damit die lineare Vergrößerung beliebig gesteigert werden. Trotzdem sollte die Größe des Objektrasters nicht unter einen Mindestwert gesenkt werden. Vielmehr ist die Länge der Objektzeile zweckmäßig auf den Wert:

$$l = \frac{d \cdot l'}{d'}$$

zu bringen. Hierin bedeutet  $d$  den Sondendurchmesser,  $d'$  den Schreibfleckdurchmesser im Registrierbild und  $l'$  die Zeilenlänge im Registrierbild in Millimetern. Vorstehende Forderung bedeutet, daß die Bildelementzahl beider Raster gleich groß sein soll. Wird diese Bedingung nicht erfüllt, so ist entweder die Auflösung des Rastermikroskopes durch das Registrieraster herabgesetzt oder aber das Registrierbild durch unnötige Verkleinerung der wahren Bildelementzahl im Raster unansehnlich.

Beim *Elektronen-Rastermikroskop für Aufsichtbeobachtung* empfiehlt es sich, als Bildschreibeinrichtung einen normalen Bildtelegraphen zu benutzen und die Steuerung der Schreibfleckintensität vom Ausgang des Sekundäremissionsverstärkers bzw. vom Ausgang eines weiteren zwischengeschalteten Verstärkers vorzunehmen. In diesem Fall wird das Bild gleich in seiner endgültigen Größe registriert. Die starre Verkupplung zwischen den Koordinaten der Sondenlage im Objektraster und der Schreibflecklage im Bildraster läßt sich ebenso wie bei der zuvor besprochenen, im Vakuum laufenden Trommelregistriereinrichtung dadurch erzwingen, daß die im letzten Kapitel beschriebene Schleifdrahtscheibe unmittelbar auf die Achse der Bildtelegraphentrommel gesetzt wird. Die übrigen, früher beschriebenen Vorrichtungen zur Steuerung der Sondenlage und zur Einstellung und Abgleichung des Rasterformates können bei dieser Anordnung übernommen werden. Einzelheiten über die zweckmäßige Ausgestaltung des Sekundäremissionsverstärkers finden sich im Abschnitt C II 9 c. Durch die Trennung der Bildschreibeinrichtung von der Vakuumanlage des Mikroskopes sind die Konstruktionsschwierigkeiten gegenüber der zuvor beschriebenen Anordnung stark verringert, so daß sich eine nähere Beschreibung von Einzelheiten erübrigt.

Beim *Elektronen-Schattenmikroskop* wird die Registriereinrichtung aus einer Vakuumkamera, beispielsweise nach Art der in Abb. 214 gezeichneten Ausführung gebildet. Hier wird die photographische Platte (Größe z. B.  $4,5 \cdot 6$  cm) nach erfolgtem Lufteinlaß und nach Lösung des unteren Flansches mit Hilfe eines Sackes aus schwarzem, undurchsichtigen Tuch in einen vorgesehenen Rahmen eingelegt.

Beim *Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop* besteht die Registrierung, ebenso wie bei dem Elektronen-Schattenmikroskop, in der einfachen photographischen Aufnahme des Strahlungsbildes.

## V. Die Scharfstellung der Sondenmikroskope.

Da eine unmittelbare Betrachtung des Gesamtbildes bei dem Elektronen-Rastermikroskop nicht möglich ist, hat das Problem der Schärfeneinstellung hier eine besondere Bedeutung. Die Spitze der Elektronensonde muß durch elektrische oder auch durch mechanische Einstellmaßnahmen in die Ebene der zu untersuchenden Objektschicht verlegt werden. Infolge der etwa 100 bis 1000mal kleineren Objektivapertur ist, bezogen auf gleiches Auflösungsvermögen, die erforderliche Einstellgenauigkeit der Ebene größter Schärfe beim Elektronenmikroskop 100 bis 1000mal kleiner als beim Lichtmikroskop. Diesem Umstand ist es zu verdanken, daß auch noch bei Auflösungsvermögen unter  $10^{-4}$  mm die Scharfstellung selbst bei den Sondenmikroskopen verhältnismäßig mühelos gelingt.

Das Scharfstellungsproblem beim *Rastermikroskop für Durchsichtbeobachtung* wurde in der Weise gelöst, daß vor der Aufnahme die Modulation der Elektronenenergie bei Herüberführen der Sonde über das Objekt mit Hilfe eines Leuchtschirmes beobachtet wird, der unmittelbar hinter dem Objekt angebracht und über ein kleines Beobachtungsmikroskop betrachtet werden kann. Besitzt das Objekt scharfe Übergänge, so gelingt es sehr leicht, diejenigen Strom- oder Spannungswerte aufzufinden, wo besonders kleine Sondenablenkungen besonders große Helligkeitsänderungen des Leuchtflekes auf dem Fluoreszenzschirm ergeben. Hat das betreffende Objekt keine scharfen Übergänge, so empfiehlt es sich, künstlich, beispielsweise am Rande der Objektfläche, dünne, jedoch scharf begrenzte Partikel hoher Dichte auf die Objekt Oberfläche zu bringen und mit ihrer Hilfe die Scharfstellungswerte zu ermitteln. Unmittelbar nachdem die

Schärfeneinstellung vorgenommen ist, wird die Registriereinrichtung unter völliger Konstanthaltung aller Betriebsbedingungen eingeschaltet. Die Aufrechterhaltung der Betriebsbedingungen über die ganze Registrierzeit erfolgt für ein magnetisches Objektiv zweckmäßig mit Hilfe der im Abschnitt H I 2 besprochenen Hilfseinrichtung.

Den Einbau des Leuchtschirmes in eine Registriertrummel ließ schon Abb. 226 erkennen. Die Fluoreszenzschicht liegt nur wenig hinter der Ebene des photographischen Papieres, so daß das beobachtete Leuchtschirmbild auch in seinen Abmessungen etwa dem Schreibfleck der photographischen Registrierung entspricht. Der Einkristall- oder Feinkornleuchtschirm ist auf die eine Fläche

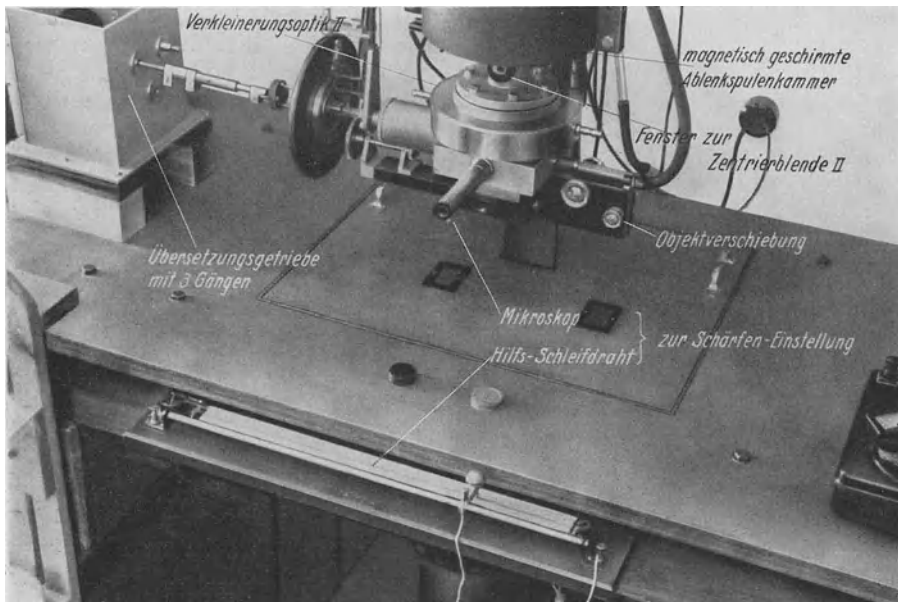
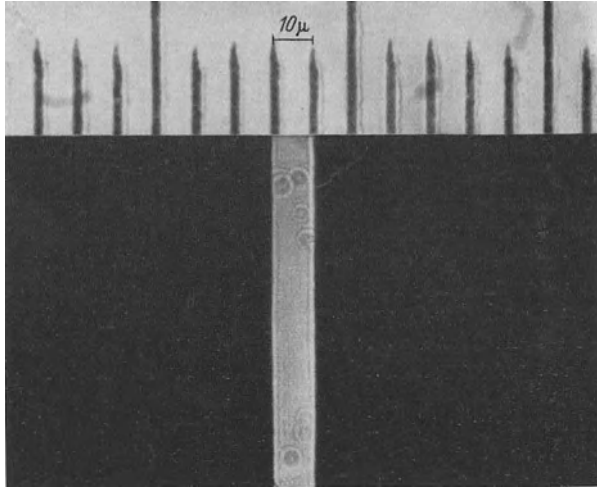


Abb. 229. Teilansicht eines Rasterelektronenmikroskops mit photographischer Registriereinrichtung.

eines Prismas aufgebracht, um einen seitlichen Einblick mit dem Beobachtungsmikroskop zu ermöglichen. Das mit der Registriereinrichtung konstruktiv vereinigte Beobachtungsmikroskop ist in der Mitte der Abb. 229 sichtbar. Die gleiche Abbildung zeigt neben weiteren Einzelheiten die auf der Achse des Antriebsschliffes befestigte Schleifdrahtscheibe. Wahlweise mit dieser Scheibe kann die im Bild unten sichtbare Schleifdrahtbrücke mit den Ablenkspulen des Mikroskopes verbunden werden. Diese Brücke wird nur während der Scharfstellungsperiode in Verbindung mit der Leuchtfleckbeobachtung über das Hilfsmikroskop benutzt. Die Klemmenspannung an dieser Brücke ist bei der beschriebenen Anlage z. B. so eingeregelt, daß 10 mm Bewegung des Brückenabgriffes gerade  $10^{-4}$  mm Sondenbewegung auf dem Objekt entsprechen. Mit der so geeichten Hilfsbrücke können neben der Sondenschärfe auch zeitliche Schwankungen der Letzteren und Schwankungen der Sondenlage (Einfluß störender Magnetfelder) unmittelbar beobachtet werden, wenn die Sonde anfänglich auf einen scharfen Objektübergang geführt wird.

Zur genauen Messung der Sondenschärfe und zur Eichung der Sondenablenkanordnung hat sich das in Abb. 230 lichtmikroskopisch aufgenommene Spaltobjekt gut bewährt. Hier sind zwei scharfe Rasiermesserschneiden einander

eng in einem Abstand von wenigen  $10^{-3}$  mm gegenübergestellt. Die Eichung der Ablenkung wird einfach erreicht durch Bestimmung der Teilspannungsänderung, die notwendig ist, um von einem Helligkeitsübergang zum anderen zu gelangen, während die Sondenschärfe durch Vergleich der für den Helligkeitsübergang selbst erforderlichen Teilspannungsänderung zu messen ist. Zur Ausrichtung dieses Spaltobjektes gegenüber den X-Ablenkspulen ist bei Anwendung eines magnetischen Objektivs darauf zu achten, daß im Objektiv eine Bildfelddrehung von etwa  $90^\circ$  eintritt.



Mit Hilfe des Beobachtungsmikroskopes ge-

Abb. 230. Lichtmikroskopische Aufnahme des Spaltobjektes zur Messung der Sondenschärfe und zur Eichung der Sondenablenkung.

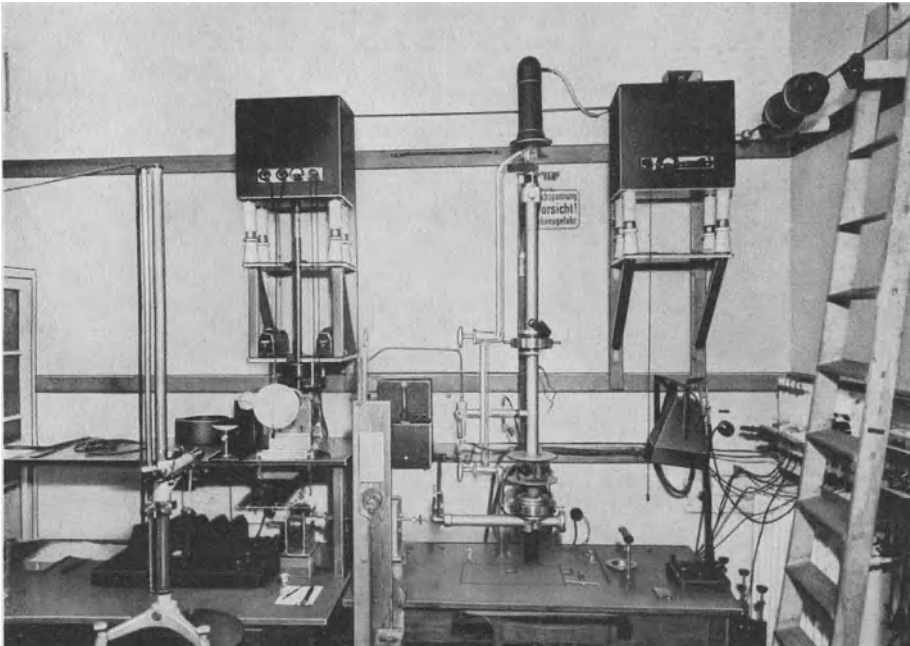


Abb. 231. Gesamtansicht einer Rastermikroskopanlage mit Hilfeeinrichtung zum Aufrechterhalten der Schärfeneinstellung während der Registrierzeit.

lingt es, nicht nur die Scharfstellung in der beschriebenen Weise vorzunehmen, sondern auch zugleich den Vorgang der Intensitäts- oder Streuomodulation bei Bewegung der Sonde über das Objekt zu verfolgen. Trotz der sehr geringen

Sondenströme, die der Sondenschärfe von beispielsweise  $10^{-5}$  mm bereits zugeordnet sind, entspricht die Helligkeit des Leuchtfleckes im Beobachtungsmikroskop schon bei 25 kV Anodenspannung ungefähr dem Eindruck, den ein Stern zweiter Größe im freien Auge hinterläßt.



Bilddaten:

Anodenspannung = 23 kV, Objektivbrennweite = 1,5 mm, Öffnungsverhältnis =  $1,3 \cdot 10^{-2}$ ,  
 Registrierzeit = 20 min, Verkleinerung des Anfangsquerschnittes 1 : 20000.  
 Keine Registrierblende.

Abb. 232. Kleinformatregistrierung mit Bleisulfatkristallen.

Die Gesamtansicht einer Rastermikroskopanlage für Durchsichtbeobachtung mit magnetischen Linsen und der besprochenen Hilfsvorrichtung zur Scharfstellungskontrolle ist in Abb. 231 gegeben. Ganz links ist im Vordergrund ein Kathetometer sichtbar, durch das der Skalenwert der erwähnten Hilfsvorrichtung bestimmt wird. Unterhalb der Hilfsvorrichtung sind Schleifdrahttrommel und die Schalteinheit zur Regelung des Objektrasters angeordnet. In der rechten Bildhälfte ist das eigentliche Rastermikroskop mit den Bedienungsschalttafeln sichtbar. Gleichhalter, Hochspannungstransformator und Antriebsmotor befinden sich in größerem Abstand von Mikroskop und Hilfseinrichtung, um Störungen durch magnetische Wechselfelder auszuschalten.

Mit der beschriebenen Anlage wurden eine Anzahl charakteristischer Objekte untersucht, um die Sondenschärfe zu bestimmen und um die Kontrastverhältnisse unter verschiedenen Arbeitsbedingungen klarzustellen. Zur Bestimmung der Sondenschärfe und damit des Auflösungsvermögens eignen sich gut die scharfen Kanten von mikroskopisch kleinen Kristallen. Abb. 232 zeigt die Kleinformatregistrierung von Bleisulfatkristallen, die unmittelbar auf der Objektträgerfolie hergestellt wurden.

Abb. 233 zeigt einen vergrößerten Ausschnitt aus dem vorhergehenden Bild und läßt die verschiedenen charakteristischen Modulationen erkennen, die durch

$1\mu$

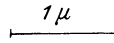
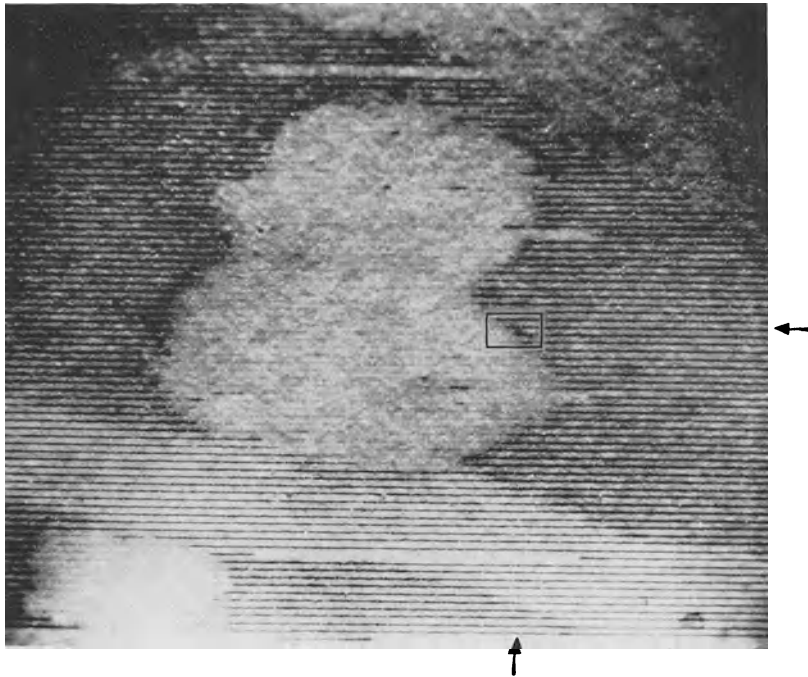



Abb. 233. Vergrößerter Ausschnitt aus dem vorhergehenden Bild zur Veranschaulichung der Modulation und der Elektronenbeeinflussung durch Objektschichten verschiedener Massendicke.

das Objekt entstehen. Durch den Kristall selbst wird bei der angegebenen Elektronengeschwindigkeit fast die ganze Elektronenenergie absorbiert, während in der Umgebung des Kristalles die Strahlenergie, wenn auch unter einer gewissen Streuung durch die Trägerfolie, eine erhebliche Schwärzung verursacht. Unterhalb des Kristalles ist eine Zone abgebildet, wo die Objektträgerfolie zerrissen ist, und die Sondenenergie nur unter dem kleinen Winkel der Objektivapertur auf die Registrierebene gelangt. Wenn die Registrierung in dieser Zone scheinbar eine geringere Schwärzung zeigt, so ist dies darauf zurückzuführen, daß die Schwärzung in den Zeilenlücken durch das Fehlen jeglicher Streuung fortfällt, ohne daß die Schwärzung der Zeilenstriche selbst durch die höhere Elektronenenergie wesentlich zugenommen hat.

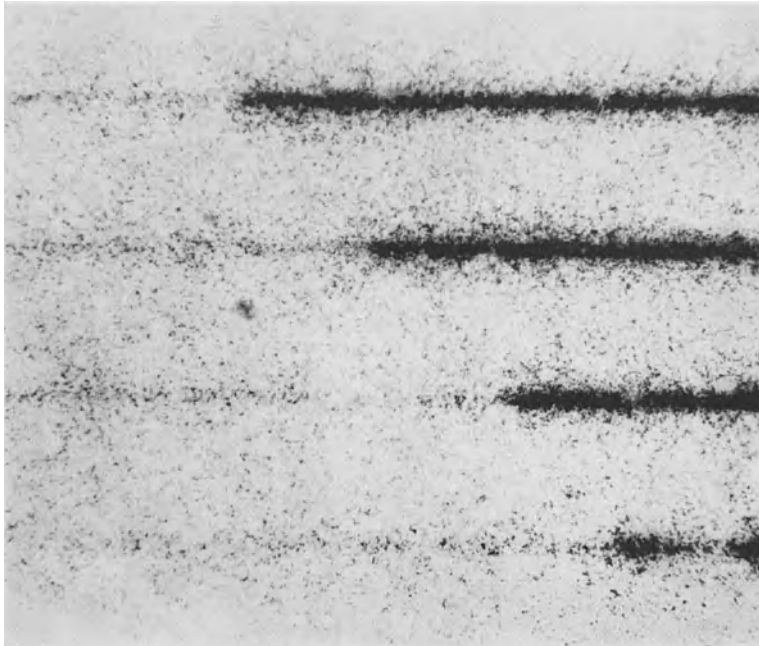
Ein stark vergrößerter Ausschnitt aus der Registrierung Abb. 232 ist in Abb. 234 wiedergegeben. Hier ist die Modulation der Elektronenenergie an einer schräg über das Bildfeld laufenden Kristallbegrenzung erkennbar. Aus dem oberhalb des Bildes eingezeichneten Maßstab wird ersichtlich, daß der Übergang



von starker zu schwacher Schwärzung in der Zeile auf einer Strecke erfolgt, die einer Sondenbewegung von  $10^{-5}$  mm entspricht. Durch dieses Bild wurde erstmalig eine Schärfe der Elektronensonde von  $10^{-5}$  mm nachgewiesen.

Im Rahmen dieses Abschnittes ist die Konstruktion der Registriereinrichtung und die Scharfstellung des Rastermikroskopes für Durchsichtbeobachtung ausführlicher dargestellt, als die auf diesem Wege erzielten praktischen Ergebnisse es rechtfertigen. Der Verfasser hat sich jedoch zu einer eingehenderen Beschreibung entschlossen, da er der Auffassung ist, daß die hier entwickelte

$0,1\mu$  bzw  $0,13\text{ mm}$



(Sondendurchmesser = Auflösungsvermögen in Zeilenrichtung =  $10^{-5}$  mm.)

Abb. 234. Mikrophotogramm einer schräg über das Bildfeld laufenden Kristallbegrenzung aus der vorhergehenden Registrierung.

spezielle Technik (Elektronenobjektive der gezeichneten Bauart, Lagensteuerung und Scharfstellung submikroskopischer Elektronensonden, Registrierung im Vakuum usw.) bei dem kommenden Ausbau der Übermikroskopie und Elektronik noch gute Dienste leisten kann.

Bei dem *Rastermikroskop für Aufsichtbeobachtung* liegt das Problem der Schärfeneinstellung ungünstiger als bei dem gleichen Instrument für Durchsichtbeobachtung, weil die Energie der Sekundärelektronen nicht ausreicht, um einen Leuchtschirm genügend zu erregen. Zur Schärfeneinstellung bei Aufsichtbeobachtung verdienen besonders zwei Möglichkeiten hervorgehoben zu werden. Die eine Möglichkeit besteht darin, die an der Ausgangsseite des Registrierverstärkers bei Bewegung der Sonde gegebenen Wechselspannungen oszillographisch, beispielsweise auf einem BRAUNschen Rohr mit nachleuchtendem Schirm, sichtbar zu machen. Werden von Zeilenabtastung zu Zeilenabtastung die Scharfstellungsbedingungen geändert, so gelingt es verhältnismäßig leicht, die Einstellung zu erkennen, bei der das Oszillogramm den größten Reichtum

an höheren Frequenzen aufweist. Die entsprechende Einstellung ist diejenige, bei der größte SONDENSCHÄRFE in der Objektebene besteht. Mit dieser ist unmittelbar anschließend die Bildregistrierung einzuleiten und durchzuführen. Die andere Möglichkeit zur Schärfeneinstellung setzt voraus, daß vor Beginn der eigentlichen Aufnahme eine Probeaufnahme durchgeführt werden kann. Indem bei dieser Probeaufnahme von Zeile zu Zeile die Scharfstellungsbedingungen geändert und die zugeordneten Skalenwerte einer Kontrolleinrichtung notiert werden, gelingt es, wieder diejenigen Bedingungen zu finden, bei denen besonders scharfe Helligkeitsübergänge in der Zeile zu beobachten sind. Die so ermittelten günstigen Bedingungen werden vor Beginn der eigentlichen Aufnahme mit Hilfe der geeichten Einrichtung zur Schärfenkontrolle wieder reproduziert und während der Dauer der Registrierung aufrechterhalten. Diese Methode der Auffindung guter Abbildungsschärfe entspricht dem in der Ultraviolett-mikroskopie üblichen Verfahren der Reihenbildaufnahme nur mit dem Unterschied, daß nicht ganze Bilder, sondern nur einzelne Zeilen zur Verkürzung der Gesamtdauer der Probeaufnahme registriert werden.

Bei dem *Elektronen-Schattenmikroskop* gestaltet sich die Scharfstellung außerordentlich einfach. Bei diesem Abbildungsprinzip ist nur dafür zu sorgen, daß die SONDENSCHÄRFE während der Aufnahme sich in gleichbleibender Lage gegenüber dem Objekt befindet. Bei der Anwendung magnetischer Linsen läßt sich diese Forderung leicht durch die oben beschriebene Hilfseinrichtung zur Kontrolle der Schärfeneinstellung und bei elektrostatischen Linsen leicht durch Anwendung von Spannungsteilern mit zeitlich konstantem Teilungsverhältnis bzw. durch Anwendung von Linsen mit an Kathode angeschlossenen Mittelelektroden großer Öffnung (BOERSCH) erfüllen. Bei dem früher für das Schattenmikroskop angegebenen Beispiel ist die elektronenoptische Anordnung so zu treffen, daß die SONDENSCHÄRFE in einer Entfernung von etwa 0,5 mm vor der Ebene des Objektes liegt. Das Elektronen-Schattenmikroskop mit elektrostatischen Einzellinsen hat also die ungewöhnliche Eigenschaft, daß keinerlei Schärfeneinstellung vorgenommen zu werden braucht. Die Bedienung beschränkt sich, abgesehen von dem einmaligen ungefähren Abgleich der Objektivbrennweite, auf das Einstellen des gewünschten Ausschnittes aus dem Gesamtobjekt mit Hilfe des schon in Kapitel K II besprochenen einrückbaren Leuchtschirm-Beobachtungsmikroskopsystems.

Bei dem *Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop* kommt es im Gegensatz zum Elektronen-Schattenmikroskop wieder darauf an, daß eine sehr sorgfältige Schärfeneinstellung vorgenommen wird. Um die Einstellungsbedingungen festzustellen, bei denen die Spitze der Elektronensonde mit der Oberfläche der Antikathodenschicht zusammenfällt, ist trotz der relativ geringen Strahlungsintensität die Anwendung einer visuellen Beobachtungseinrichtung mit Einkristall-Leuchtschirm und Lichtmikroskop denkbar, solange das Instrument für mittlere Auflösungsvermögen dimensioniert ist. Für Röntgenstrahlen-Schattenmikroskope mit höherem Auflösungsvermögen dürfte man jedoch darauf angewiesen sein, die günstigsten Einstellungen aus Reihenaufnahmen zu ermitteln. Hervorzuheben ist, daß bei diesem Instrument die Schärfeneinstellung völlig unabhängig vom Objekt ist. So dürfte beispielsweise bei der oben in Abb. 57 vorgeschlagenen Ausführungsform und bei ausreichend konstantem Hochspannungsteiler ein einmaliger Abgleich der Schärfeneinstellung genügen, um für längere Zeiten Röntgen-Schattenbilder gleichbleibender Schärfe von beliebigen Objekten zu erhalten.

## L. Objektpräparierungstechnik.

### I. Die verschiedenen Arten elektronenmikroskopischer Präparate.

Ebenso wie in der Lichtmikroskopie ist bei den verschiedenen Arten elektronenmikroskopischer Präparate grundsätzlich zu unterscheiden zwischen solchen, die für *Durchsichtbeobachtung* und solchen, die für *Aufsichtbeobachtung* bestimmt sind. Da Objekte für Aufsichtbeobachtung entweder überhaupt nicht vorzubehandeln sind oder da bei ihnen die Präparierungstechnik die gleiche ist wie bei den entsprechenden lichtmikroskopischen Objekten und da weiterhin bei dem heutigen Stande der Übermikroskopie das Verfahren der Aufsichtbeobachtung noch nicht fertig ausgebildet und erprobt ist, können die Mitteilungen in dem vorliegenden Abschnitt sich ausschließlich auf Objekte für Durchsichtbeobachtung beschränken.

Die elektronenmikroskopischen Bilder geben die Massenverteilung in den Objekten wieder und nicht andere sekundäre Eigenschaften, wie die ultraviolett-mikroskopischen und lichtmikroskopischen Bilder. Man ist daher zur Sichtbarmachung von Strukturen im allgemeinen nicht auf *Färbung der Objekte* angewiesen. Durch den Fortfall einer Färbung gestaltet sich die Präparierung elektronenmikroskopischer Objekte in der Regel einfacher als die Präparierung lichtmikroskopischer Objekte. In Sonderfällen kann auch bei übermikroskopischen Präparaten die Objektfärbung, insbesondere durch An- und Einlagerung von Metallen in höchst-disperser Aufteilung sich als äußerst nützlich zur Steigerung der Bildkontraste erweisen.

Damit die Strukturen eines Objektes bei Durchsichtbeobachtung mit un- verminderter Klarheit sichtbar werden, darf die abbildende Strahlung, insbesondere durch die Objektträgerschicht, keinen zusätzlichen Hindernissen ausgesetzt werden. In der Lichtmikroskopie und in der Ultraviolett-mikroskopie ist diese Forderung leicht zu erfüllen, da für die zugeordneten Spektralbereiche klar durchsichtige Materialien (Glas, Quarz, Lithiumfluorid) bekannt sind. Substanzen, die für Elektronenstrahlung ähnlich gut durchsichtig sind, gibt es nicht. Bedingen vorgegebene Struktur und Festigkeit der zu untersuchenden Objekte einen Objektträger, so bleibt nichts anderes übrig, als ihn aus einem Material geringer Dichte und so dünn herzustellen, daß die durch ihn dargestellte Massendicke sehr klein bleibt gegenüber der mittleren Massendicke der Objektschicht. Die Beobachtung im Dunkelfeld hat zur Voraussetzung, daß der abbildenden Strahlung in den objektfreien Zonen praktisch kein Hindernis entgegentritt. Nur wenn diese Bedingung erfüllt ist, bleibt der Untergrund völlig dunkel und die Objektpartikel bzw. Objekte heben sich gut ab. Bei Dunkelfeldbetrieb muß daher die Massendicke des Objektträgers, falls er nicht vollkommen vermieden werden kann, auf ganz besonders kleine Werte herabgedrückt werden.

Mit Rücksicht auf den räumlichen Streufehler und zum Teil auch auf den chromatischen Abbildungsfehler und schließlich auch auf die Verschlechterung der Kontrastverhältnisse kann die Massendicke der Objektschichten nicht auf die entsprechende Dicke lichtmikroskopischer Präparate gesteigert werden.

Infolge der geringen Dicke der Objekt-Objektträgerschicht ist die Zerreifestigkeit absolut genommen verhltnismig klein, so da mechanisch hinreichend stabile Prparate nur dann erhalten werden, wenn die Schichten ber Bohrungen von Bruchteilen eines Millimeter Durchmesser gelegt werden.

Verschiedene charakteristische *Objektarten fr Durchsichtbeobachtung* sind in Abb. 235 schematisch dargestellt.

Die Objektart *A* ist nur selten gegeben oder mglich, weil die Zerreifestigkeit der meisten Objektschichten fr eine freischwebende Anordnung nicht ausreicht. Immerhin ist diese Anordnung z. B. blich bei Mikrotomschnitten selbst geringster Dicke, bei der Untersuchung von Fasern und dnnen Folien.

Die Objektart *B*, bei der Teile des Objektes am Blendrand haften oder in die Blendbohrung hineinragen, findet sich, wie die in diesem Buch wiedergegebenen Elektronenbilder zeigen, recht hufig. Beispielsweise bei der Untersuchung von Rauchen, Diatomeen, feinen Kristallnadeln und hnlichen widerstandsfhigen Objekten kommt diese Befestigungsart in Frage. Der Vorteil der Betrachtung von sich selbst tragenden Objekten liegt in der Vermeidung jeglicher objektfremden Bestandteile.

Die sehr einfache *Aufprparation von Rauchflocken* ist weiter unten im Buchabschnitt OI 2b besprochen. Die *Herstellung von Diatomeenprparaten* kann in folgender Weise vorgenommen werden: Nach Reinigung der Diatomeen durch kurzes Kochen in Salzsure, Splen in destilliertem Wasser und anschließendem Glhen in einem Platinlffel kann man gewi sein, Diatomeen mit unverklebten Maschen zu erhalten. Mit Hilfe einer feinen Glassonde wird vorsichtig unter dem Prpariermikroskop eine einzelne Diatomee abgelst und unter Ausnutzung der Adhsionswirkung aus dem Platinlffel herausgehoben sowie unmittelbar ber die Bohrung des Objekttrgers gebracht. Vorher ist die Prparierflche des Objekttrgers mit Hilfe eines kleinen Heitztisches (vgl. Abb. 256) mit einer dnnen Bienenwachsschicht versehen worden, die nur die unmittelbare Umgebung der Blendbohrung frei lt. Whrend der Objekttrger sich auf dem Heitztisch befindet und nachdem die Wachsschicht erweicht ist, wird unter der Beobachtung im Stereo-Prpariermikroskop ein Ende der herausgegriffenen Diatomee mit der Wachsschicht in Berhrung gebracht und nunmehr die Glassonde so weggezogen, da schlielich die Diatomee genau ber die ffnung der Blendbohrung fllt. Hierbei ist sehr darauf zu achten, da gleich beim ersten Male die Diatomee eine brauchbare Lage erreicht. Ein nachtrgliches Verschieben der Diatomee ist nicht mehr zulssig, da es infolge des Klebmittels fast zwangslufig dazu fhrt, da Diatomeenteile mit verklebten Maschen in das Gesichtsfeld geschoben werden. Nach Erkalten des Objekttrgers haften

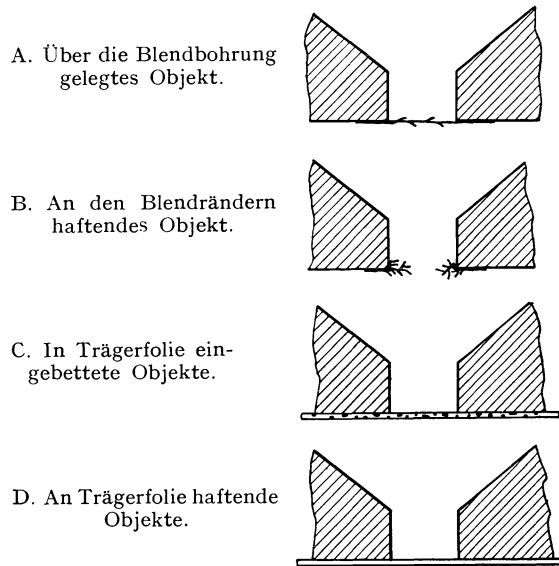


Abb. 235 A, B, C und D. Verschiedene Objektarten bei Durchsichtbeobachtung.

die Kieselalgen oder ähnliche Objekte ausgezeichnet auf dem Objektträger. Für größere Objekte, insbesondere Objekte mit Faserstruktur kann an Stelle der Wachsschicht auch ein Kreisring von Kanadabalsam benutzt werden. Der so vorbereitete Objektträger wird dann einfach auf das Faserobjekt vorsichtig aufgedrückt. Fast regelmäßig bleiben Fasern auch über der Objektträgerbohrung liegen. Auch bei dieser Präparation ist eine nachträgliche Verlagerung der Partikel unbedingt zu vermeiden, damit keine Objektteile über die Objektträgerbohrung gelangen, die mit dem Klebmittel in Berührung gekommen sind. Die angedeuteten Präparierverfahren mit temperaturempfindlichen Klebmitteln kommen nur dann in Frage, wenn Konstruktions- und Betriebsverhältnisse eine stärkere Erwärmung des ganzen Objektträgers ausschließen. Ist diese Vorbedingung nicht erfüllt, so beginnen die so präparierten Objekte schon kurz nach Einschaltung der Elektronenstrahlung, über der Objektträgerblende hin- und herzuschwimmen.

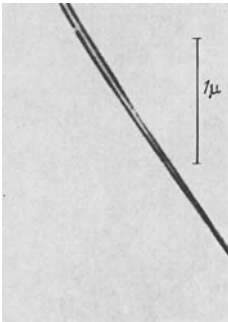


Abb. 236. Unbeschickte, am Rand zu einem Röllchen aufgewickelte Objektträgerfolie. Links Folie, rechts keine Masse im Strahlengang. (Aufnahme Siemens.)

Bei der Objektart *C* sind die zu untersuchenden Objektartikel in die Trägerfolie eingebettet. Diese sehr selten benutzte Präparierungsmethode hat den Vorteil, daß die eingebetteten Partikel nach Fertigstellung der Trägerhaut ziemlich gleichmäßig verteilt sind und völlig fest liegen, während bei einer nachträglichen Aufbringung auf einen vorgegebenen Film mitunter Zusammenballungen und Ausrichtungen entstehen können. Dieses Verfahren kommt beispielsweise gelegentlich bei der Untersuchung von Kolloiden zur Anwendung. Das Verfahren der Einbettung der Objektartikel in eine Trägerschicht hat den grundsätzlichen Nachteil, daß die Dicke der Trägerschicht mindestens die Größenordnung des Durchmessers der zu untersuchenden Partikel erreicht, so daß Auflösungsvermögen und Kontraste stark verringert werden.

Die Objektart *D* ist in dieser Hinsicht wesentlich vorteilhafter. Bei dieser Präpariermethode werden die zu untersuchenden Objektartikel auf eine Trägerfolie (meist Zaponlack- oder Kollodiumhaut) der Dicke 1 bis  $2 \cdot 10^{-5}$  mm aufgebracht. Einzelheiten über die Trägerfolienherstellung, die Aufbringung der Objektartikel und das Verhalten der Folien bei Durchstrahlung mit Elektronen werden unten im Kapitel L III besprochen. Die Massendicke dieser Folien ist so niedrig, daß selbst nichtmetallische Partikel von unter  $10^{-5}$  mm Durchmesser einen deutlichen Kontrast hinterlassen. Das zuletzt besprochene Präparierverfahren, das für die Untersuchung von Zellbestandteilen, Bakterien, Viren, Kolloiden, dünnen Metallschichten und sonstigen anorganischen und organischen Partikeln heute allgemein angewendet wird, hat den weiteren Vorteil, daß die Objektträgerfolie vor der Beschickung mit den Objektartikeln auf Gleichmäßigkeit und Sauberkeit geprüft werden kann. Daß ein sauber hergestellter Objektträgerfilm für Elektronen klar durchlässig sein kann, beweist die Photographie Abb. 236. Die Wirkung von Löchern und Verunreinigungen des Objektträgerfilmes veranschaulicht das weitere Elektronenbild Abb. 237.

Bei den verschiedenen besprochenen Objektarten braucht die Massendicke nicht in einer dünnen Objektschicht konzentriert zu sein, wenn dies auch oft zutreffen wird. Bei Objekten mit aufgelockertem flockigem Charakter kann die Objektmasse sich auf räumlich stark ausgedehnte Gebilde verteilen. Auch Objekte dieser Art kann das Elektronenmikroskop infolge seiner hohen Tiefenschärfe vorzüglich abbilden, wie beispielsweise das Titelbild des Buches erkennen läßt. In diesem Zusammenhang sei auf die Elektronenaufnahme Abb. 238

verwiesen, in der Rußflocken großer räumlicher Ausdehnung aufgenommen sind. Nur in der linken unteren Bildecke ist die Ausdehnung in Richtung der optischen Achse so groß, daß die Abbildung unscharf wird.

Sehr oft besitzen die zu untersuchenden Objekte eine so große Massendicke, daß bei elektronenmikroskopischer Beobachtung das Auflösungsvermögen schlechter wird als das Auflösungsvermögen für ultraviolett-mikroskopische oder lichtmikroskopische Untersuchung der gleichen Objekte. In solchen Fällen wird es notwendig, die Dicke oder Dichte der Objektschicht künstlich herabzusetzen.

Das *Pressen* und *Walzen* der Objektschichten zerstört in der Regel die zu beobachtende Feinstruktur. Etwas vorteilhafter erscheint die Methode des *Zerfaserns der Objekte* unter einem Lichtmikroskop. Diese Methode kann z. B. unter Verwendung des Gleitmikromanipulators wertvolle Dienste, insbesondere bei der Unter-

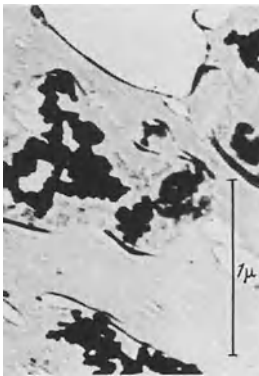


Abb. 237. Unbeschickte, durch Staub bei der Herstellung verunreinigte Objektträgerfolie mit Löchern. (Aufnahme Siemens.)

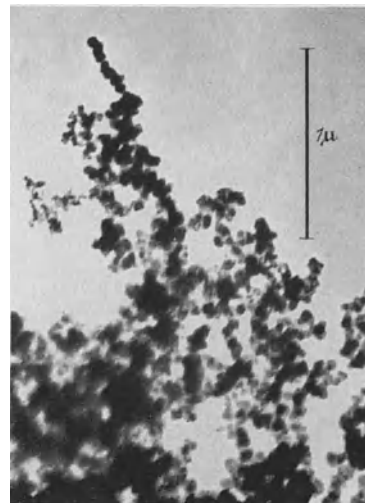


Abb. 238. Ruß aus Zedernölflamme, als Objekt mit Flockencharakter zur Demonstration der großen Tiefenschärfe der Elektronenmikroskope. (Aufnahme Siemens.)

suchung von Zellkernbestandteilen und ähnlichen Objekten leisten. Auch das *Herauslösen einzelner Objektbestandteile durch chemische Mittel* und die *Mikroveraschung* stellen sehr aussichtsreiche Verfahren dar, um aus Objekten großer Massendicke dünne Präparate wichtiger Komponenten zu gewinnen. Auf den zuletzt genannten Wegen gelingt es weiterhin, weniger interessierende, die wirksame Massendicke jedoch stark vergrößernde *Füllsubstanzen zu entfernen* und aus kompakten Geweben künstlich aufgelockerte Objektschichten mit flocken-, gittergerüst-, waben- oder schwammartigem Charakter entstehen zu lassen. Auf diese Weise kann, wie der Verfasser bei entsprechenden Arbeiten feststellte, in vielen Fällen die *Dichte auf wenige Prozente der anfänglichen Dichte* gesenkt werden.

In der weitaus überwiegenden Zahl der Fälle werden mit Elektronenmikroskopen Objekte beobachtet, die außerhalb des Instrumentes präpariert worden sind und die sich daher, insbesondere bei der Beobachtung nicht ändern oder wenigstens nicht ändern sollen. Prinzipiell gestattet das Elektronenmikroskop jedoch auch die *Untersuchung sich verändernder Objekte* durch visuelle Beobachtung oder Reihenaufnahmen. Beispielsweise ist es möglich, mit Hilfe einer *Objektreaktionskammer* — in Abb. 239 dargestellt für ein magnetisches Mikroskopobjektiv — Werden und chemische Umsetzungen feinsten Kristalle übermikroskopisch zu verfolgen und so wichtige Fragen der Kristallkeime, des Kristallwachstums

und des Ablaufs chemischer Prozesse zu untersuchen. In diesen Beispielen wird durch Gaszufuhr über einen seitlichen Kanal ein sich allmählich verstärkender Niederschlag am Objektträgerrande, an feinsten Kristallen einer Rauchflocke, an Fasern oder auf der Objektträgerfolie bewirkt. Gegebenenfalls kann am Ende des Kanals vor der Reaktionskammer die Einschaltung einer Düse nützlich sein. Das Eindringen des Gasstromes in die übrigen Räume des Elektronenmikroskopes wird durch die gegenüber dem Objektträger gezeichnete Messingblende und durch abpumpen mit Hilfe eines zweiten gegenüberliegenden Kanals verhindert. Durch geeignete Bemessung der Gaszufuhr läßt sich leicht erreichen, daß der Gasdruck in der Reaktionskammer nie so groß wird, daß die Bildgüte durch Elektronendiffusion oder durch Ionenraumladungen gestört wird. Bei der Untersuchung von Reaktionsvorgängen zwischen festen Partikeln und dem zugeführten Gase könnte durch den beleuchtenden Elektronenstrahl die zur Reaktion erforderliche Temperatur herbeigeführt werden. Auch die Beobachtung von Vorgängen an der Oberfläche von Katalysatoren ist mit Hilfe der beschriebenen Objektreaktionskammer möglich. Die konstruktive Einfügung dieser

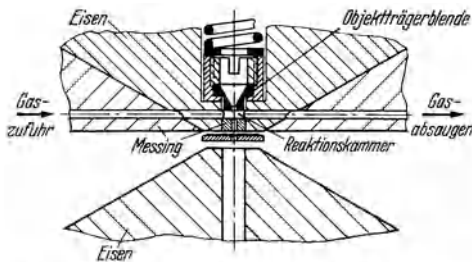


Abb. 239. Ausführung einer Objektreaktionskammer nach V. ARDENNE.

Kammer in das Mikroskop gelingt besonders leicht bei solchen (oben beschriebenen) Elektronenmikroskopkonstruktionen, wo das Objektivsystem unmittelbar seitlich aus dem Instrument herausgenommen werden kann.

Die Objektträgerblenden sind mechanisch nicht ganz einfach herzustellende Teile, so daß ihre wiederholte Verwendung unbedingt zu fordern ist. Vor der Neupräpa-

rierung eines Objektträgers, aber auch schon vor der ersten Präparierung ist eine hervorragende *Reinigung der Objektträgerblende* notwendig. Das Thema der Reinigung feiner Blendbohrungen ist schon im Buchabschnitt F V 1 kurz gestreift worden. Besonders bei Objekten auf Folien ist eine äußerst sorgfältige Reinigung durchzuführen, da sich bei der Folientrocknung die Fremdpartikel stark anreichern und sonst unvermeidlich auf der Folie niederschlagen. Am einfachsten gestaltet sich der Reinigungsprozeß, wenn die Objektträgerblenden aus Edelmetall (z. B. Platin) oder aus Edelmetalllegierungen hergestellt sind. Die Objektträger können dann durch Behandlung mit starken Säuren und Alkalien chemisch gereinigt und gegebenenfalls sogar ausgeglüht werden. Im Anschluß an die chemische Reinigung sind die Objektträger dann in destilliertem Wasser zu kochen und, falls Folienpräparate hergestellt werden sollen, möglichst ohne Zwischenschaltung eines Trockenprozesses in das Wasser der Foliengießapparat zu bringen.

Dient Messing als Material für die Objektträger, so ist man auf mechanische Reinigung der Bohrung mit Hilfe feiner Glassonden, sowie auf vorsichtige chemische Reinigung angewiesen. Gut bewährt hat sich ein kurzes Kochen in verdünnter Kalilauge in Verbindung mit nachträglichem Kochen in destilliertem Wasser. Außerdem kommen, je nach Art der Partikel, die entfernt werden sollen, z. B. verdünnte Essigsäure, Alkohole, Amylzetat usw. als Reinigungsflüssigkeiten in Frage.

Im Anschluß an den in diesem Abschnitt gegebenen Überblick über die wichtigsten Arten elektronenmikroskopischer Präparate sollen nunmehr Einzelheiten über Verfahren, Hilfseinrichtungen und Kunstgriffe bei der Präparation besprochen werden. Die nächstliegende Methode zur Herstellung von sehr

dünnen Objektschichten aus ursprünglich dickeren, unveränderlichen Objekten ist die *Schneidemethode*. Über die Durchführung dieser Methode, die in Verbindung mit Elektronenvoltgeschwindigkeiten von über 100 kV größere Bedeutung erlangen dürfte, berichtet das folgende Kapitel.

## II. Die Keilschnittmethode zur Herstellung von Mikrotomschnitten mit weniger als $10^{-3}$ mm Stärke<sup>1</sup>.

In der normalen lichtmikroskopischen Forschung fehlt die Notwendigkeit der Herstellung von Objektschnitten unter  $10^{-3}$  mm Stärke, denn selbst bei den stärksten Vergrößerungen liefern Schnitte von 3 bis  $6 \cdot 10^{-3}$  mm im allgemeinen die besten Ergebnisse. In der elektronenmikroskopischen Forschung wird dagegen ein um so größeres Auflösungsvermögen und ein um so stärkerer Kontrast bei der Untersuchung feinsten Strukturen in Objektschnitten möglich, je dünner die Letzteren hergestellt werden können. Zum besseren Verständnis der weiter unten besprochenen Weiterentwicklungen mikroskopischer Schneidetechnik in Richtung dünnster Schnitte soll zunächst kurz auf die allgemeine Theorie des Schneidevorganges eingegangen werden.

### 1. Theorie des Schneidevorganges.

Die Güte eines Mikrotomschnittes wird durch zwei Faktoren bestimmt: *Deformation* des gesamten Schnittes und *Zerstörungen* innerhalb des Schnittes. Die inneren Zerstörungen sind eine Folge der Inhomogenität des Objektes und lassen sich in gewissen Grenzen bekanntlich durch sorgfältige Durchführung dem Objekt angepaßter Einbettungsmethoden vermeiden. Die äußere Deformation dagegen ist in der Hauptsache vom eigentlichen Schneidevorgang abhängig.

Um einen Überblick über die für die Deformation maßgebenden Größen zu erhalten, vereinfacht man sich den in Abb. 240 dargestellten Schneidevorgang zweckmäßig zu dem Ersatzschema Abb. 241. Der Krümmungsradius der Facette kann in der Praxis (s. die im folgenden Abschnitt zitierten Literaturstellen!) so klein hergestellt werden, daß das Messer für Schnitte mit mehr als  $2 \cdot 10^{-4}$  mm Dicke in erster Annäherung als absolut scharf angenommen werden kann. Wie bei jedem

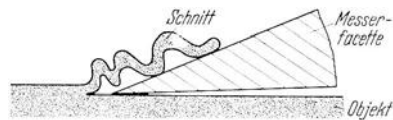


Abb. 240. Darstellung des Schneidevorganges.

Um einen Überblick über die für die Deformation maßgebenden Größen zu erhalten, vereinfacht man sich den in Abb. 240 dargestellten Schneidevorgang zweckmäßig zu dem Ersatzschema Abb. 241.

Der Krümmungsradius der Facette kann in der Praxis (s. die im folgenden Abschnitt zitierten Literaturstellen!) so klein hergestellt werden, daß das Messer für Schnitte mit mehr als  $2 \cdot 10^{-4}$  mm Dicke in erster Annäherung als absolut scharf angenommen werden kann. Wie bei jedem Schneidevorgang, so läuft auch hier (besonders bei einem vorherrschenden spröden Material wie Paraffin) im Objekt vor der Schneide eine Spalte her. Der Teil des Schnittes, der über dieser Spalte frei liegt, wird von der Deformation am stärksten betroffen.

Auf diesen Teil wirkt stauend und vor allem knickend die Reibungskraft:

$$T = N \cdot \mu.$$

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Die Keilschnittmethode, ein Weg zur Herstellung von Mikrotomschnitten mit weniger als  $10^{-3}$  mm Stärke für elektronenmikroskopische Zwecke. Z. wiss. Mikroskopie Bd. 56 (1939) Heft 1 S. 8.



Hierin bedeutet  $N$  die Anpreßkraft und  $\mu$  die Reibungsziffer. Die Reibungsziffer  $\mu$  ist abhängig von:

- den ursprünglichen Eigenschaften der Facettenoberfläche,
- dem Verschmutzungsgrad der Facettenoberfläche,
- den Eigenschaften des zu schneidenden Objektes.

Die Anpreßkraft setzt sich zusammen aus:

- Adhäsion,
- Widerstand des Schnittes gegen Formänderung,
- Normalkomponente der Schubkraft, mit der der Schnitt an seinem Ende gedrückt wird.

Die *Adhäsion* ist abhängig von der Beschaffenheit der Oberflächen (Temperatureinfluß) und von dem Abstand zwischen Schnittunter- und Schneideneroberfläche. Dieser Abstand aber fällt mit steigendem Anpreßdruck.

Der Widerstand gegen *Formänderung* ist um so kleiner, je kleiner der Winkel und die Schnittdicke sind. Der Beitrag dieses Widerstandes zur Anpreßkraft ist aber nicht groß.

Die Normalkomponente der *Schubkraft* ist immer vorhanden, wenn ein Spalten des Materials vor der Schneide vor sich geht. Sie fällt mit kleiner werdendem Winkel zwischen Schnittfläche und Spanfläche.

Die auf den freiliegenden Schnittteil wirkende Kraft ist also in der Hauptsache vom Winkel zwischen Schnittebene und Spanebene abhängig. Dieser ist aber bei guter Einstellung nahezu gleich dem Facettenwinkel. Daher sind *kleine Facettenwinkel* die notwendige Voraussetzung für die Herstellung dünner Schnitte.

Wie aus den Abb. 240 und 241 hervorgeht, wird der Schnitt in der Hauptsache auf Knickung beansprucht. Es gilt hier angenähert die EULERSche Formel für einen einseitig gespannten Stab:

$$K = \frac{\pi^2}{4} \cdot E \frac{J}{l^2}.$$

In dieser Beziehung ist  $E$  = Elastizitätsmodul,  $J$  = Trägheitsmoment,  $l$  = Länge.

Die Knickfestigkeit ist also dem Trägheitsmoment proportional. Dieses ist für einen rechteckigen Querschnitt:

$$J = \frac{b \cdot (\Delta x)^3}{12}.$$

Hierin bedeutet  $b$  die Breite und  $\Delta x$  die Dicke des Schnittes.

Das Trägheitsmoment und damit die Knickfestigkeit fallen also mit der dritten Potenz der Schnittdicke.

Aus diesen Überlegungen ergibt sich, daß mit den oben geschilderten Mitteln (Schaffung günstiger Reibungsverhältnisse, Verkleinerung des Facettenwinkels) die untere Grenze für die Schnittdicke wohl etwas, aber nicht entscheidend herabgesetzt werden kann. *Die Abhängigkeit der Schnittstabilität von der dritten Potenz der Schnittdicke verhindert das systematische Gelingen von Mikrotomschnitten unter  $10^{-3}$  mm Dicke nach den bisherigen Schneidverfahren.*

## 2. Mikrotommesser und Kleinformatschnitt.

Aus der Theorie des Schneidvorganges folgt für das Mikrotommesser, daß der Krümmungsradius an der Spitze und ferner der Facettenwinkel möglichst klein sein soll. Beide Werte können jedoch nur bis zu bestimmten, durch Messermaterial und Messerabnutzung gegebenen Grenzen verkleinert werden.

Material- und Abnutzungsfragen hängen teilweise mit dem erforderlichen *Schnittformat* zusammen. Während beim Lichtmikroskop Schnittformate von

10 · 10 mm und mehr gefordert werden, genügen bei elektronenmikroskopischen Arbeiten Schnittformate von beispielsweise 0,1 · 0,1 mm, das heißt mit im Verhältnis 1 : 10<sup>4</sup> kleinerer Schnittfläche. Selbst diese sehr kleinen Schnittformate würden noch groß sein gegen die kleinen Gesichtsfelder der Elektronenmikroskope mit ihren extrem hohen Vergrößerungen. Für die genannten kleinen Schnittformate genügen kleine Messer mit Schneidenlängen der Größenordnung 1 mm. Bei dieser Kleinheit der Messer kommen die hochwertigen und teuersten Stoffe als Ausgangsmaterial in Frage, sofern diese eine Verbesserung gegenüber den üblichen Messerstählen ergeben.

Es lag nahe, sowohl Versuche mit Edeltählen als auch Versuche mit Edelsteinen durchzuführen. Dabei zeigte sich, daß die Sprödigkeit des Materials die Anwendung von Stoffen höchster Härte verhindert. Bei der Materialauswahl ist ein Kompromiß zu schließen, der beispielsweise bei Edelsteinmessern die Anwendung von synthetischen Rubinen, Saphieren usw. (Härtegrad 9) günstiger erscheinen läßt als die Benutzung von Diamanten (Härtegrad 10). Auch bei Steinen geringerer Härte springen insbesondere beim Schleifvorgang, aber auch bei der Messeranwendung Teilchen von der Messerschneide ab und es entstehen fast unvermeidlich Scharfen. Die Scharfenbildung ist um so stärker, je kleiner der Facettenwinkel des Messers und der Krümmungsradius der Schneide werden. Durch das in Abb. 242 angedeutete Herstellungsverfahren konnte die Neigung zur Scharfenbildung beim Schleifen außerordentlich verringert werden, so daß

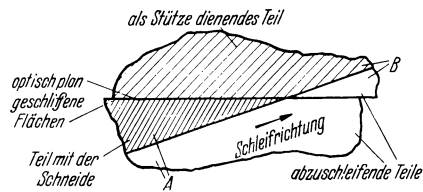


Abb. 242. Herstellung eines Edelsteinmessers.

nach diesem Verfahren hergestellte Messer den normalen Stahlmessern wenigstens einigermaßen gleichwertig waren. Trotzdem bleibt auch bei diesem Herstellungsverfahren eine geringe Scharfenbildung bestehen, die offenbar dadurch verursacht wird, daß die beiden optisch plan geschliffenen Flächen der Stücke A und B nicht unmittelbar aufeinander liegen, sondern durch eine — wenn auch nur hauchdünne — Kittschicht voneinander getrennt sind. Die aus der Theorie als notwendig erkannte Verringerung des Facettenwinkels stieß bei entsprechenden Anschleifversuchen von Edelsteinmessern auf solche Schwierigkeiten, daß dieser Weg aufgegeben wurde.

Bei weiterer Durcharbeitung des Problems zeigte sich, daß die besprochene Kleinheit des Schnittformates auch bei Anwendung normaler Stahlmesser sich sehr vorteilhaft auswirken kann. Für die genannten kleinen Schnittformate kann die Messerabnutzung um mehrere Größenordnungen reduziert werden, so daß kleinste Krümmungsradien an der Messerspitze bei gleichzeitig herabgesetzten Facettenwinkeln auch für größere Schnittzahlen aufrechtzuerhalten sind. Die wichtigsten Einzelheiten über die Methoden des Schärfens von Mikrotommessern für dünnste Schnitte finden sich in der Literatur<sup>1</sup> und brauchen daher in diesem Zusammenhang nicht weiter besprochen zu werden.

Der Übergang zu kleinen Schnittformaten bringt außer der geringeren Beanspruchung der Schneide noch den Vorteil mit sich, daß die Schneide nur auf einer kurzen Strecke frei zu liegen braucht und daher nur eine geringe Biegesteifigkeit besitzen muß. Es ist daher möglich, als hochwertiges Messermaterial dünnen Rasierklingenstahl zu verwenden, ohne daß eine Ausbiegung des beanspruchten Schneideteils genaues Schneiden verhindert. Der Schneiden-

<sup>1</sup> Vgl. z. B. J. KISSER: Die Art des Schliffes der Mikrotommesser und ihre Zurichtung für dünnste Schnitte. Z. wiss. Mikroskopie Bd. 43 (1926) Heft 3 S. 361. — ROMEIS, B.: Taschenbuch der mikroskopischen Technik, 13. Aufl., S. 137. München: R. Oldenbourg 1932.

winkel von Rasierklingen beträgt etwa  $10^\circ$  und der Facettenwinkel etwa  $20^\circ$ . Im Hinblick auf die geringe Schneidenabnutzung bei Kleinformatschnitten wurden die Klingen einem besonderen Schleifprozeß unterzogen. Gut hat sich bei der Herstellung und beim Gebrauch eine runde Schneidenform bewährt. Schleifversuche zeigten, daß auf einer Schneidenlänge von etwa 5 mm ein Schneidenwinkel unter  $5^\circ$  zu erhalten ist. Bei diesen Messern ist die Facette nicht mehr deutlich gegen die Schneide abgegrenzt, sondern geht stetig in sie über. Der Facettenwinkel — das ist hier: der Winkel der an die Schneide gelegten Tangentenflächen — dürfte etwa  $10^\circ$  betragen. Die so vorbereiteten

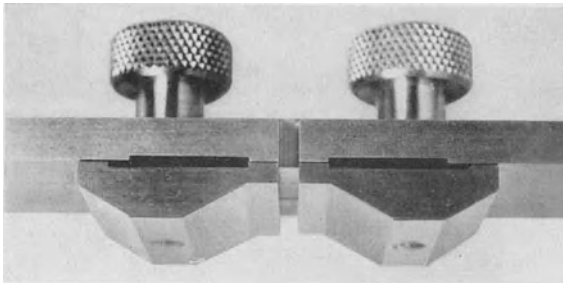


Abb. 243. Einspannvorrichtung für austauschbare Mikrotomklingen (mit einem Anfangskrümmungsradius  $< 10^{-4}$  mm, Facettenwinkel von etwa  $10^\circ$  und 2 mm Schneidenbreite).

Klingen werden in einen in Abb. 243 abgebildeten Halter eingespannt, der die Schneide auf einer Breite von 2 mm freiläßt und eine starre Lage der Schneide durch kräftige Bleibacken sichert. Der ganze Halter wird im Mikrotom an Stelle des sonst üblichen großen Messers befestigt.

Bereits bei gut geschärften normalen Rasiermessern hat der Krümmungsradius an der Spitze die Größe

$10^{-4}$  mm<sup>1</sup>. Die Messerschärfe selbst würde daher ausreichen, um Schnitte von wenigen  $10^{-4}$  mm Dicke zu ermöglichen, wenn nicht die im vorausgegangenen Abschnitt besprochene Stauchung und Abknickung des Schnittes dies verhindern würde.

### 3. Das Prinzip der Keilschnittmethode.

Wie aus der oben gegebenen Theorie des Schneidens verständlich ist, und die praktischen Erfahrungen der bisherigen Schneidetechnik zeigen, lassen sich Schnitte unter  $10^{-3}$  mm nicht mehr mit der üblichen Parallelschnittmethode systematisch herstellen. Es galt daher, ein Verfahren zu finden, das es ermöglicht, bei dicken Gesamtschnitten dünne Objektschnitte zu erzielen. Diese zunächst paradox erscheinende Forderung wird von der *Keilschnittmethode* erfüllt. Das Vorgehen der Keilschnittmethode zeigt Abb. 244. Vom Objekt wird zunächst zur Erzielung einer glatten Oberfläche eine Schicht abgehoben. Dann wird auf die nunmehr ebene Oberfläche eine Deckschicht aufgebracht. Diese Deckschicht soll möglichst die gleiche Härte haben wie das eingebettete Objekt und muß sich mit diesem gut verbinden. Andererseits soll die Beeinflussung der Objektoberfläche durch die Deckschicht möglichst gering sein. Würde nach dem Auftragen der Deckschicht ein Parallelschnitt ausgeführt werden, so gelänge es durch die in der Zwischenzeit eingetretenen Veränderungen (Temperaturausdehnung usw.) nicht, eine definierte Schnittdicke zu erhalten. Daher wird das Objekt vor dem Fertigschnitt um einen kleinen Winkel geneigt. Durch den Fertigschnitt erhält man einen keilförmigen Ausschnitt aus dem Objekt, der durch die darüberliegende (5 bis  $20 \cdot 10^{-3}$  mm dicke) Deckschicht eine große Stabilität erlangt. Nach dem Weglösen der Deckschicht und des Einbettungsmaterials erhält man einen Objektschnitt, aus dem zur elektronen-

<sup>1</sup> Vgl. SCHMERWITZ: Die Schärfe von Rasierklingen ist meßbar. Z. Umschau Bd. 36 (1932) Heft 42 S. 827.

mikroskopischen Betrachtung fast beliebig dünne Teile ausgewählt werden können.

Will man das Vorschneiden vermeiden, und wird Wert auf *Schnittbänder* gelegt, so muß man das Objekt abwechselnd in Normallage und geneigter Lage schneiden. Man erhält dann ein Band von Objektteilen, die abwechselnd von der breiten Seite und von der Spitze aus geschnitten sind, wie Abb. 245 veranschaulichen soll.

Nicht nur die Neigung des Objektes *in* der Bewegungsrichtung, sondern auch eine Neigung *senkrecht* zu ihr ergibt keilförmige Schnitte. Auch bei dieser Schneidart besteht grundsätzlich die Möglichkeit, Schnittbänder herzustellen.

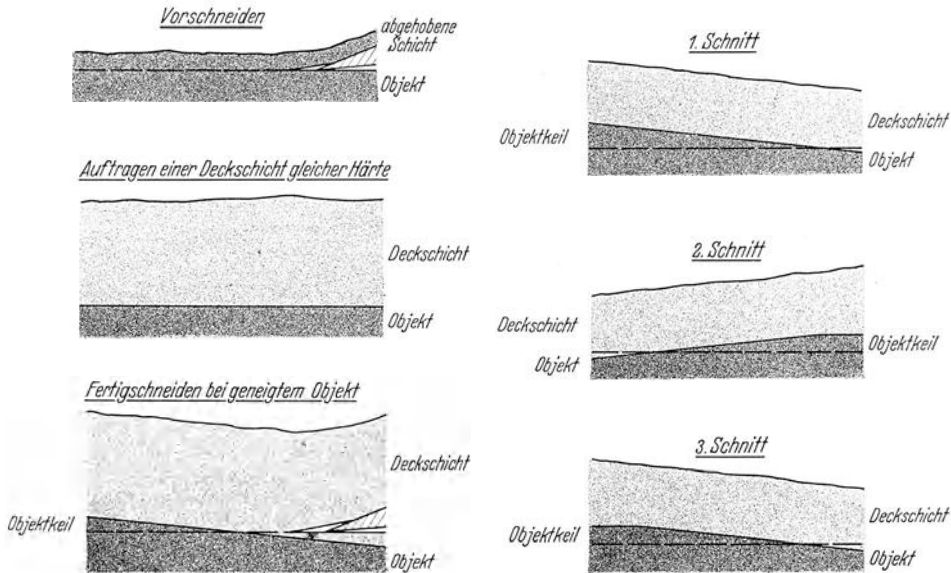


Abb. 244. Die Keilschnittmethode. (Schematische Darstellung.)

Abb. 245. Das Bänderschneiden nach der Keilschnittmethode. (Schematische Darstellung.)

Die Leistung der Keilschnittmethode läßt sich leicht an einem Zahlenbeispiel abschätzen. Bei einer relativen Objektneigung von  $1 : 200$ , die mechanisch noch gut beherrschbar ist, bedeckt das Gesichtsfeld eines Elektronenmikroskops mit einem größten Durchmesser von  $10^{-2}$  mm ein Gebiet, in dem die Objektdicke z. B. zwischen  $2 \cdot 10^{-4}$  mm und  $2,5 \cdot 10^{-4}$  mm schwankt. Eine Abweichung der Objektdicke von der mittleren Objektdicke, die hier etwa  $\pm 20\%$  beträgt, ist durchaus tragbar. Es erscheint also möglich, nach der Keilschnittmethode nur  $2 \cdot 10^{-4}$  mm dicke Schnitte für elektronenmikroskopische Arbeiten systematisch herzustellen. Begnügt man sich mit kleineren Gesichtsfeldern und werden größere, prozentuale Dickenunterschiede im Gesichtsfeld zugelassen, so liefert die Keilschnittmethode Schnitte, deren Dicke nur noch durch den Krümmungsradius der Messerschneide bestimmt wird.

Zur Durchführung der Keilschnittmethode muß die Voraussetzung erfüllt sein, daß eine sehr präzise Objektschwenkeinrichtung zur Verfügung steht. Nur wenn dies der Fall ist, und wenn die übrige Mikrotomkonstruktion eine hervorragende Stabilität aufweist, und wenn schließlich das Objekt selbst in richtiger Lage eingespannt ist, liegt der Schwenkungsmittelpunkt im Objekt und nur dann gelingt es, einwandfreie Keilschnitte zu erzielen. Der Schwenkungsmittelpunkt muß mit der größten, mechanisch erreichbaren Genauigkeit liegen bleiben,

besonders wenn Serienschritte beabsichtigt sind. Die Güte von Einzelschnitten ist dagegen von der Einspannung und Lage des Objekts verhältnismäßig unabhängig. Soll die Keilspitze aus einer ganz bestimmten Zone des Objektes herausgeschnitten werden, so muß der Schwenkwinkel und der Vorschub mit großer Genauigkeit einstellbar sein. Die hierbei zulässigen Toleranzen ergeben sich aus einfachen geometrischen Überlegungen. Eine Konstruktion, die die erforderliche mechanische Präzision besitzt und die sich praktisch vorzüglich bewährt hat, soll im folgenden beschrieben werden.

#### 4. Konstruktive Ausführung des Keilschnittmikrotoms.

Die Bauweise der *Objektschwenkeinrichtung* des Keilmikrotoms und die Anordnung von Objektblockklemme und Objekt ist aus der Zeichnung Abb. 246

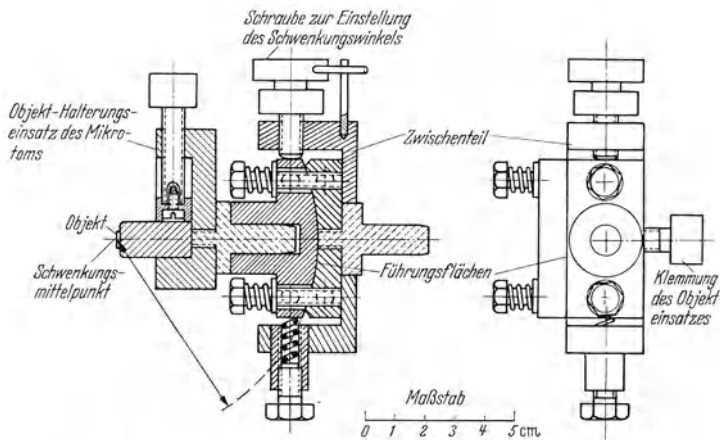


Abb. 246. Objektschwenkeinrichtung des Keilschnittmikrotoms.

zu entnehmen. Der Objekthalterungseinsatz eines normalen Mikrotoms ist hier an einem Metallteil mit zylindrischer Führungsfläche befestigt. Der Krümmungsmittelpunkt dieser Zylinderfläche liegt im Objekt. Dieser Teil wird durch

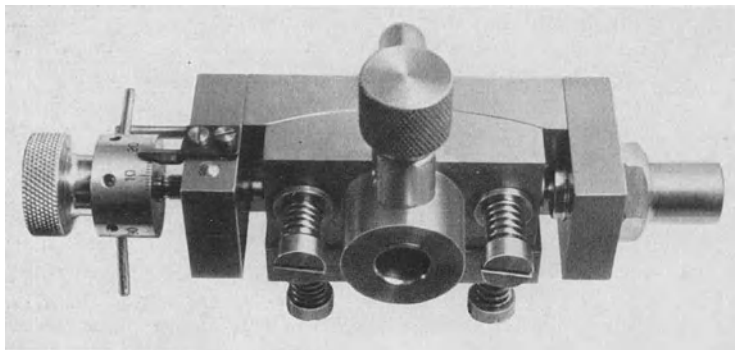


Abb. 247. Ansicht der Objektschwenkeinrichtung.

Federeinrichtung gegen die zweite konkave Führungsfläche gedrückt. Zwei weitere Federeinrichtungen sorgen für den Andruck des Schwenkteils in den beiden anderen Raumkoordinaten. Die Winkelverstellung des Schwenkteils

erfolgt durch eine Druckschraube mit feinem Gewinde. Diese Schraube ist mit einer Teilung und Anschlagstiften versehen, so daß der Schwenkteil um genau definierte Beträge geneigt werden kann.

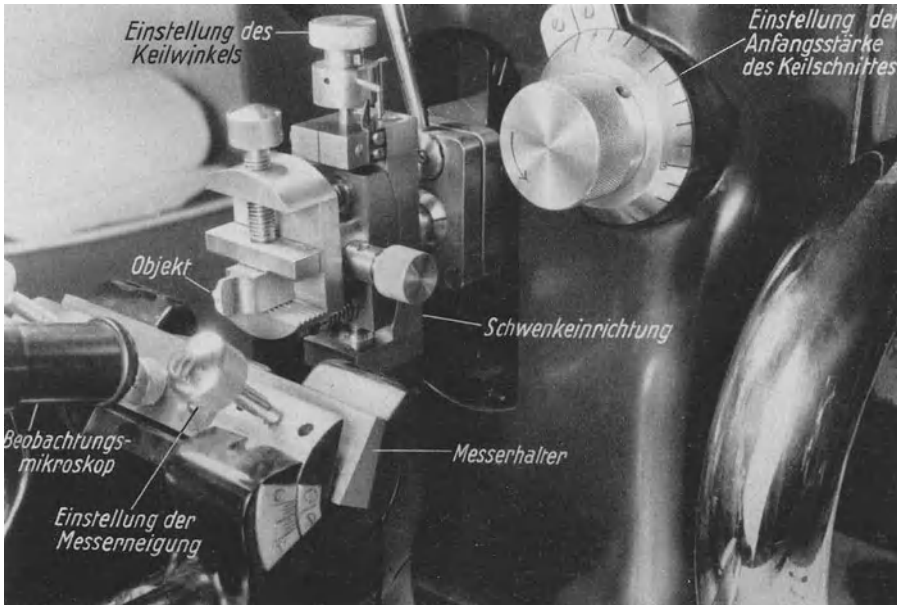


Abb. 248. Die wichtigsten Elemente des Keilschnittmikrotoms nach v. ARDENNE.



Abb. 249. Schneidfertiges, eingebettetes und aufgeblossenes Objekt.

Die mechanische Ausführung der besprochenen Objektschwenkeinrichtung ist aus der Photographie Abb. 247 zu ersehen. Die Mechanik der abgebildeten Schwenkeinrichtung ist so präzise, daß Schwenkungswinkel von weniger als 1 : 1000 einstellbar sind. Praktisch wird man mit Schwenkungswinkel von 1 : 200

arbeiten. Dieser Schwenkungswinkel entspricht gerade einer Umdrehung der Einstellschraube.

Die Anordnung der abgebildeten Objektschwenkeinrichtung in einem normalen großen Leitz-Minot-Mikrotom ist in Abb. 248 gezeigt. Der ganze Unterschied gegenüber der normalen Bedienung dieses Mikrotoms besteht darin, daß zur Gewinnung der Objektkeile von Schnitt zu Schnitt die Objektschwenkschraube zwischen zwei Anschlägen gedreht werden muß. Der automatische Objektvorschub des Minot-Mikrotoms regelt hier nicht die Dicke des Schnittes,

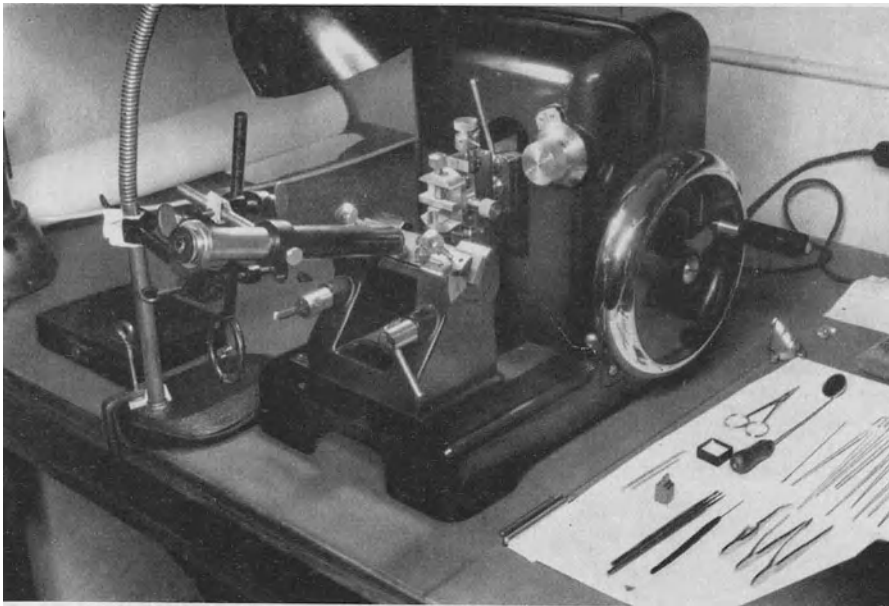


Abb. 250. Übersichtsbild der Keilschnittmikrotomanlage.

sondern nur die Anfangsstärke des Keilschnittes. Die Größenverhältnisse von Objekt zu Objektblock werden durch die Photographie Abb. 249 veranschaulicht. Die größte Ausdehnung des Objektes liegt in Richtung der Messerbewegung. Ein Übersichtsbild über die gesamte Keilschnittmikrotomanlage liefert Abb. 250.

### 5. Praktische Herstellung der Keilschnitte.

Auf die *Herstellung der Keilschnitte* mit der beschriebenen Anlage braucht nur noch kurz eingegangen zu werden, da schon oben die einzelnen Arbeitsgänge des Verfahrens ausführlich besprochen worden sind. Nach Durchführung des Vorschnittes und nach Betätigung der Objektschwenkschraube wird die Deckschicht mit Hilfe eines besonders ausgesuchten, feinen Haarpinsels aufgetragen. Als *Deckschicht* hat sich beispielsweise solches Paraffin als gut geeignet erwiesen, dessen Schmelzpunkt genau der gleiche ist wie der Schmelzpunkt des zum Einbetten benutzten Paraffins. Bei Objekten, deren Härte beispielsweise der Härte einer Zwiebelwurzel entspricht, erwies sich Paraffin von 60° C Schmelztemperatur als zweckmäßig. Für das Gelingen des Schnittes ist es sehr wichtig, daß das Paraffin aus einem Vorrat bestimmter Temperatur aufgebracht wird. Es hat sich als nützlich gezeigt, das Paraffin aus einem konstant geheizten Gefäß zu nehmen, dessen Temperatur etwa 10 bis 15° höher als der Paraffin-

schmelzpunkt liegt. Nach einiger Übung gelingt es, einfach von Hand relativ gleichmäßige und etwa  $10^{-2}$  mm starke Deckschichten auf die vorgeschchnittene Fläche zu bringen. Zwei Sekunden nach dem Auftragen der Deckschicht ist die Anlage schnittbereit.

Nach Durchführen des Schnittes kann von dem Messer der zu einem stabilen Röllchen gewordene Schnitt abgehoben werden. Die Schnittabwicklung und insbesondere das splitterfreie Gelingen des Schnittes können dabei durch das auf obigen Abbildungen erkennbare Beobachtungsmikroskop kontrolliert werden.

Im starken Gegensatz zur Herstellung dünnster Schnitte nach dem alten Parallelschnittverfahren besitzen die erhaltenen, relativ starken Paraffinschnitte eine ausgezeichnete mechanische Stabilität. Das Schneiden der feinsten Keilschnitte erweist sich als kaum schwieriger als das Schneiden von  $10^{-2}$  mm Schnitten nach der Parallelschnittmethode.

Die vom Messer abgehobenen Röllchen werden in üblicher Weise auf einen Wassertropfen von etwa  $40^{\circ}\text{C}$  Temperatur zum Strecken gebracht. Die Schnitte, bei denen eine Stauchung und Knickung mit all ihren Nachteilen völlig fehlt, breiten sich sofort auf der Wasseroberfläche aus. Die weitere Behandlung der gestreckten Schnitte entspricht genau dem üblichen Vorgehen. Da das Auslösen des Paraffins erst unmittelbar auf der Objektträgerfolie erfolgt, bleibt der Vorteil der großen mechanischen Stabilität bis zum letzten Arbeitsgang des Verfahrens erhalten.

Zur *Herstellung des Objektpräparates* für elektronenmikroskopische Zwecke wird der Schnitt, und zwar die Keilspitze unter einem Präpariermikroskop über die Bohrung des Objektträgers gebracht, der seinerseits vorher mit einer Objektträgerfolie versehen worden ist. Auf der Folie befindet sich der zur Streckung des Schnittes benutzte und schon erwähnte Wassertropfen. Durch eine einfache Heizvorrichtung wird der Objektträger und damit der Wassertropfen auf der erforderlichen Temperatur gehalten. Die Zuführung der Wärme an den Objektträger erfolgt durch Wärmeleitung. Der Wärmeleiter der Heizvorrichtung wird dabei zweckmäßig so gestaltet, daß eine Objektbeobachtung in Durchsicht und in Aufsicht jederzeit möglich ist. Nach erfolgter Streckung wird der Wassertropfen durch Filtrierpapier abgesaugt und gleichzeitig der Schnitt in seine endgültige Lage gebracht. Sodann wird mit Hilfe von Drahtschlingen eine Reihe Lösungsmittel aufgebracht, deren Zusammensetzung der bekannten Xylol-Alkohol-Wasserreihe entspricht. Nach Auftrocknen haftet der Schnitt fest auf der Trägerfolie und ist gebrauchsfertig.

## 6. Ergebnisse.

Die *Mikrophotographie eines Keilschnittes* durch den mittleren Teil einer Zwiebelwurzelspitze vermittelt Abb. 251. Hier ist, um die Keilform des Schnittes deutlich hervortreten zu lassen, eine größere Schnittapertur — etwa 1 : 50 — benutzt worden. Während die Zellkerne im oberen Teil der Aufnahme tief-schwarz sind, erscheinen sie mit Annäherung an die Spitze des Keilschnittes immer heller. Dies zeigt, daß die Kerne selbst mit Annäherung an die Spitze immer dünner geschnitten sind. Unmittelbar an der Spitze werden die Kernteilchen — trotz ihrer ursprünglich starken Färbung — kaum noch lichtmikroskopisch unterscheidbar. Hervorzuheben ist, daß trotz der minimalen Dicke des Schnittes an der Keilspitze auch hier keine Zerreißen der Zellwände zu beobachten sind.

Ein mit stärkerer Vergrößerung erhaltenes lichtmikroskopisches Bild des gleichen Objektes zeigt Abb. 252; nur ist hier die Schnittapertur auf 1 : 200 eingestellt gewesen. Der fotografierte Objektausschnitt liegt unmittelbar



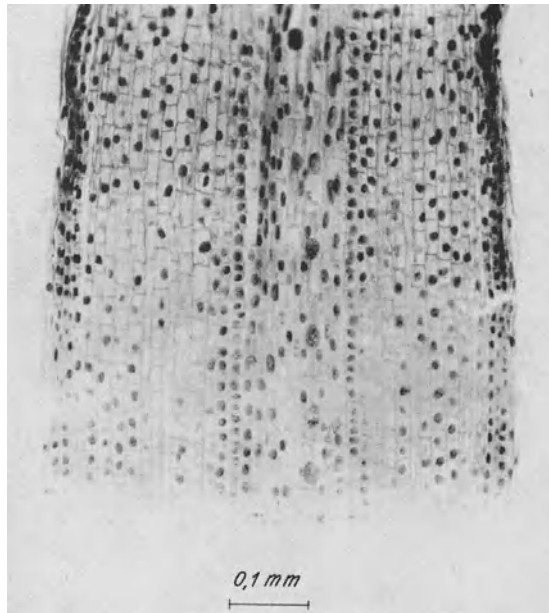


Abb. 251. Keilschnitt aus dem mittleren Teil einer Zwiebelwurzelspitze bei  $2 \cdot 10^{-3}$  mm Anfangsstärke und einer Schnittapertur 1 : 50. (Aufnahme v. ARDENNE.)

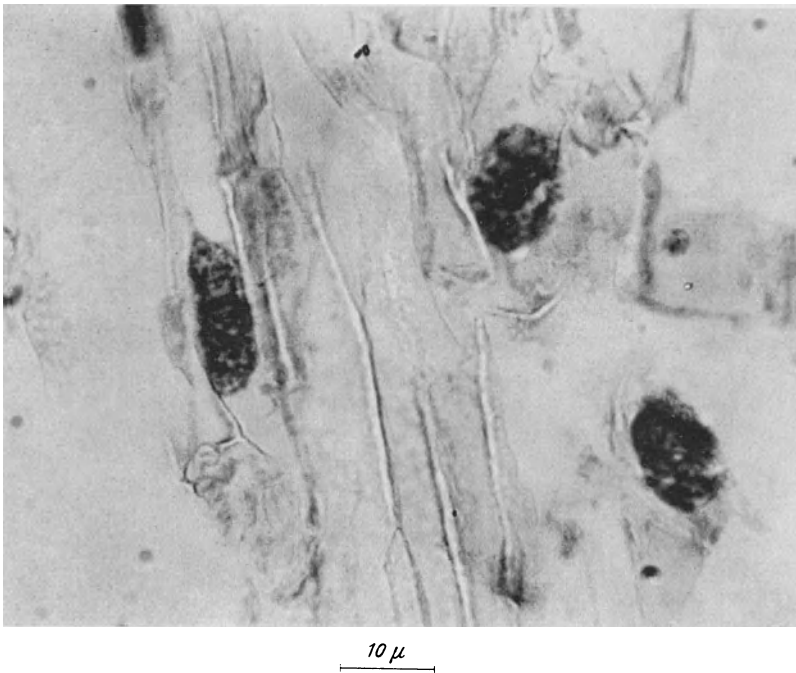


Abb. 252. Stark angefärbter  $3 \cdot 10^{-4}$  mm Schnitt durch Zellkerne bei einer Schnittapertur 1 : 200. (Aufnahme v. ARDENNE.)

an der Keilspitze und dürfte nach Messungen mit dem Feintrieb eines Lichtmikroskops stärkste Apertur ( $nA = 1,4$ ) sowie nach Abschätzung des Kontrastes etwa eine Stärke von  $3 \cdot 10^{-4}$  mm aufweisen.

Die vorstehenden Mitteilungen mögen genügen, um erkennen zu lassen, daß die beschriebene Keilschnittmethode Mikrotomschnitte von bisher nicht gekannter Feinheit herzustellen gestattet bei gleichzeitig herabgesetzter Ausschußwahrscheinlichkeit und bei herabgesetzten Anforderungen an die manuelle Geschicklichkeit des Bedienenden.

Die Schwierigkeiten, dünne Objektschichten zu erhalten, werden um so geringer, je kleiner die Objekte selbst gewählt werden, das heißt beispielsweise für die Biologie, wenn man nicht Zellkomplexe, sondern einzelne Bakterien, Elementarkörper oder schließlich Virusproteine wählt. Präparate dieser Art fallen unter den Typ der Objekte mit Foliencharakter und werden im folgenden Abschnitt behandelt.

### III. Objekte auf Folien.

Während die im vorausgegangenen Abschnitt besprochene Methode zur Herstellung sehr dünner Mikrotomschnitte noch viele Berührungspunkte mit der üblichen lichtmikroskopischen Objektpräpariertechnik aufweist, müssen zur Herstellung von Folienobjekten spezielle Wege eingeschlagen werden, über die im folgenden berichtet werden soll. Da Folienpräparate in der Übermikroskopie sehr große Bedeutung haben, sollen die Mitteilungen auch auf Herstellungsrezepte und auf die Anführung von besonders wichtigen Handgriffen ausgedehnt werden.

#### 1. Herstellung von Objektträgerfolien bestimmter Dicke.

Die wichtigsten Vorbedingungen für die Herstellung von Folienpräparaten sind völlig staub- und porenfreie Folien geringster und gleichmäßiger Dicke, die alle vorkommenden mechanischen Belastungen (insbesondere auch die starken Luftdruckschwankungen zu Beginn und Ende des Evakuierprozesses) und die Elektronenbelastungen aushalten, ohne zu reißen. Ein vom Verfasser seit 1937 angewendetes Verfahren, das die Herstellung stabiler und hoch belastbarer Folien bis herab zu 5 bis  $10 \cdot 10^{-6}$  mm gestattet und das inzwischen auch von verschiedenen anderen Stellen übernommen wurde, bedient sich einer von W. TRENKROG ausgearbeiteten Methode zur Gewinnung dünner Kollodiumschichten, die schon von E. v. ANGERER<sup>1</sup> referiert wurde. Die Folien werden durch Ausgießen einer kleinen Menge einer Lösung von Kollodiumwolle in Amylacetat auf eine Wasserfläche erhalten. Das nach Verdunsten des Lösungsmittels an der Wasseroberfläche zurückbleibende Kollodiumhäutchen wird durch Absenkung des Wasserspiegels auf die zur Aufnahme der Folie bestimmte Fläche (z. B. Objektträger) gebracht.

Eine einfache Anordnung für dieses Verfahren zeigt die Photographie Abb. 253. Das zylindrische Gefäß dient zur Aufnahme der Wassermenge und ist mit einem Abflußhahn versehen. Mittels einer Pipette oder durch Abmessung der Tropfenzahl wird die auf die Wasserfläche ausgegossene Menge der Lösung bestimmt. Die Dicke  $\Delta x$  der Folie berechnet sich unter der Annahme gleichmäßiger Schichtdicke aus folgender Gleichung:

$$\Delta x = \frac{40}{\pi} \cdot \frac{n_1 s_2}{n_1 s_2 + n_2 s_1} \cdot \frac{m}{D^2}.$$

<sup>1</sup> ANGERER, E. v.: Technische Kunstgriffe bei physikalischen Untersuchungen, S. 111. Braunschweig: F. Vieweg & Sohn 1936.

Hierbei bedeuten:

- $\Delta x$  Schichtdicke in mm,
- $n_1$  Menge der Kollodiumwolle in der Lösung in g,
- $n_2$  Menge Amylacetat in der Lösung in g,
- $s_1$  spezifisches Gewicht der Kollodiumwolle,
- $s_2$  spezifisches Gewicht von Amylacetat,
- $m$  ausgegossene Lösung in  $\text{cm}^3$ ,
- $D$  Durchmesser der kreisförmigen Folien in mm.

Für die weiter unten erwähnte Kollodiumlösung ergeben sich folgende Werte:

$$\begin{aligned} n_1 &= 1,5 \text{ g}, & s_1 &= 1,634 \text{ g}, \\ n_2 &= 100 \text{ g}, & s_2 &= 0,88 \text{ g}. \end{aligned}$$

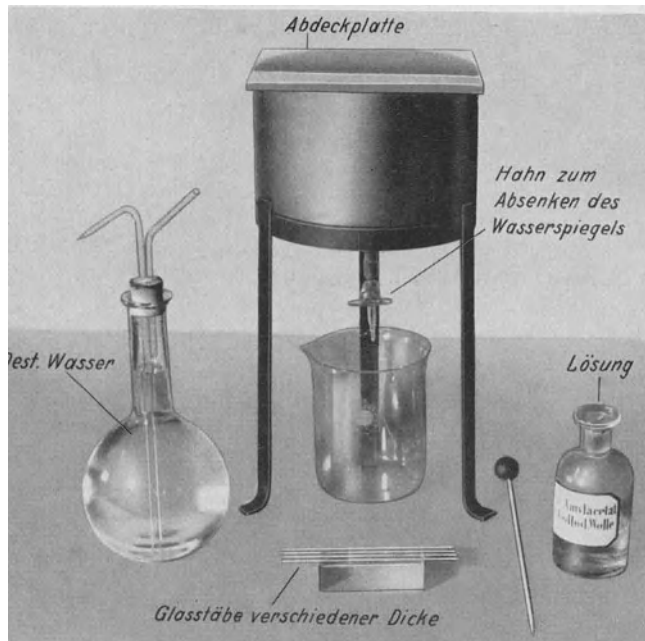


Abb. 253. Eine Anordnung zur Herstellung von Kollodium-Objektträgerfolien.

Nach Einsetzen der vorstehenden Zahlenwerte ergibt sich folgende Beziehung für die Dicke der Objektträgerfolie:

$$\Delta x = 10 \frac{m}{D^2} \text{ mm.}$$

Um ein Beispiel zu geben, sind in der Tabelle I Zahlenwerte über die Abhängigkeit der Schichtdicken von der Lösungsmenge zusammengestellt.

Um die zur Herstellung dünner Folien erforderliche sehr kleine Lösungsmenge auf die Wasseroberfläche zu bringen, empfiehlt es sich, eine Spezialpipette zu benutzen mit fein ausgezogener Spitze. Man kann auch so vorgehen, daß kleine Lösungsmengen an dünnen Glasstäben auf die Wasseroberfläche geleitet werden. Bei der zweitgenannten Methode können besonders kleine Lösungsmengen gut reproduzierbar zugeführt werden, wenn der Glasstab bis zu einer bestimmten Tiefe in die Lösung eingetaucht wird. Durch Variation der Eintauchtiefe und des Glasstabdurchmessers kann die Quantität der Lösung, die an der Glasstaboberfläche haften bleibt, in weiten Grenzen geändert werden. Zur Durch-

Tabelle I. Schichtdicke  $\Delta x$  von Kollodiumträgerfolien.Lösung: 100 g Amylacetat + 1,5 g Kollodiumwolle  $m$  cm<sup>3</sup> Lösung auf Wasserfläche ausgegossen.

$m_{\text{cm}^3}$	$\Delta x_{\text{mm}}$	$D_{\text{mm}}$	Festigkeit
0,01	$5 \cdot 10^{-6}$	$\approx 150$	Für Objektträger (Bohrungsdurchm. $\leq 0,1$ mm) gerade ausreichend
0,02	$10^{-5}$		
0,04	$2 \cdot 10^{-5}$		
0,06	$3 \cdot 10^{-5}$		
0,08	$4 \cdot 10^{-5}$		
0,10	$5 \cdot 10^{-5}$		Sehr stabil

führung von Berechnungen über die Dicke der entstehenden Kollodiumhaut muß die zugeführte Lösungsmenge möglichst genau bekannt sein. Es empfiehlt sich daher, unter Ausschaltung von Verdunstung eine größere Zahl von Tropfen einer geeigneten Meßvorrichtung zuzuführen und auf diese Weise die einem einzelnen Tropfen zugeordnete Lösungsmenge zu bestimmen.

Damit die Folie hohe Zerreißfestigkeit aufweist und gleichmäßig ausfällt, sind während der Verdunstungs- und Wasserspiegelabsenkperiode Erschütterungen des Gefäßes unbedingt zu vermeiden. Aus dem gleichen Grunde empfiehlt es sich, die Tropfen aus möglichst geringer Höhe auf den Wasserspiegel fallen zu lassen oder noch besser die Lösungsmenge durch Berührung zwischen Glasstab und Wasseroberfläche völlig erschütterungsfrei in die Wasserfläche abfließen zu lassen. Die zuletzt gegebene Vorschrift ist besonders dann zu beachten, wenn die Verdunstungsperiode nicht durch hohe Gefäßwandungen und Zudecken des Gefäßes künstlich verlängert wird. Sobald die Lösungsmenge auf die Wasseroberfläche gelangt ist, breitet sie sich infolge ihrer geringen Oberflächenspannung gegen Wasser schnell und dünn aus. Vor oder während der Verdunstung besitzt oder durchläuft die Dicke der Flüssigkeitsschicht Beträge der Größenordnung der Lichtwellenlängen und es zeigen sich dann die bekannten Interferenzfarben dünner Plättchen auf der Wasseroberfläche. Nach dem Abdunsten des Amylacetats zeigt die Folie keine Farben, da bei der angegebenen Zusammensetzung der Lösung ihre Dicke fast nur den hundertsten Teil der Flüssigkeitsschichtdicke kurz nach dem Ausbreiten des Tropfens beträgt. Die nach dem Abdunsten auf dem Wasserspiegel frei schwimmende Folie, die eine etwa kreisförmige Außenbegrenzung aufweist, wird nur durch einen zarten Seidenglanz auf der Oberfläche des Wasserbades und durch den etwas gekräuselten Folienrand sichtbar.

Damit die Folien auch im übermikroskopischen Bilde völlig klar durchsichtig erscheinen, muß der ganze Herstellungsprozeß besonders sauber und möglichst staubfrei durchgeführt werden. Sorgfältig gereinigte Gefäße, nichtkorrodierende saubere Objektträgerblenden, die Anwendung von destilliertem Amylacetat, von destilliertem Wasser und die Bedeckung des Wasserbehälters vor und nach dem Aufgießen der Lösung bilden die Voraussetzungen zum Gelingen von fremdkörperfreien Folien. So genügt beispielsweise schon ein einfaches Drehen des Stopfens einer Glasflasche, um die in der Flasche befindliche Flüssigkeit so zu verunreinigen, daß die Folie nicht mehr völlig sauber erscheint. Gute Dienste leisten kannenartige Gefäße, bei denen die Lösung aus einem dünnen Ausflußrohr abgenommen wird und die Luftzufuhr über einen Staubfilter erfolgt. Bei Objekten, die größte Klarheit der Tragfolien verlangen, empfiehlt es sich, mit vor Verwendung noch einmal (in höchst gereinigten Glasapparaturen) destillierten Lösungen zu arbeiten. In diesem Falle ist es weiter nach einem Vorschlage von D. BEISCHER ratsam, als *Gefäß für die Folienherstellung* eine flache, zweckmäßig viereckige Glasschale zu benutzen, das destillierte Wasser bis zum Rande

dieser Schale aufzufüllen und dann vor dem Aufgießen des Lösungsmittels mit Hilfe eines paraffinierten Glasstabes die gesamte Wasseroberfläche abzukehren. Auf diese Weise gelingt es, Staubteile und Ölschichten, die die Foliensauberkeit und die Folienherstellung beeinflussen können, mit Sicherheit zu entfernen. Die erforderliche Sauberkeit und die Methoden zu ihrer Sicherstellung sind ähnlich wie die Methoden bei ultramikroskopischen Arbeiten.

Nach Beobachtungen von H. RUSKA empfiehlt es sich, das Wasser, auf dem der Film hergestellt wird, vorher mit Amylacetat zu sättigen, um eine Diffusion des aufgetropften Amylacetats in das Wasser zu vermeiden und um für eine größere Ausbreitungsfläche zu sorgen.

Im Anschluß an die Fertigstellung der Folie wird der Wasserspiegel (bei der abgebildeten Anordnung mit Hilfe des am Boden des Hauptgefäßes befindlichen Hahnes) langsam gesenkt, bis sich die Folie auf die in einen Einsatz eingelegten Objektträgerblenden abgelagert hat. Auch der Trockenprozeß der Folien kann

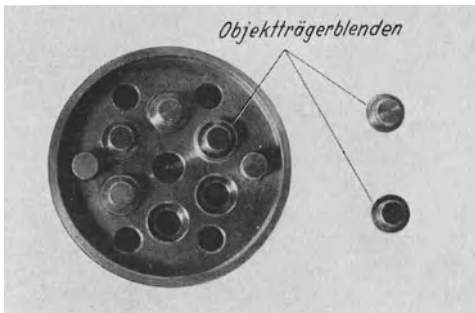


Abb. 254. Hilfsfassung für Objektträgerblenden zur Folienaufbringung.

die Ausschußwahrscheinlichkeit bei der Folienherstellung vergrößern. Es empfiehlt sich, die mit Folien versehenen Objektträger einzeln oder im Einsatz auf Fließpapier zu setzen und anschließend die Trocknung in einem geschlossenen Gefäß langsam (Trocknungszeit etwa 2 h) vor sich gehen zu lassen. Nach dem Trocknen haftet die Folie an der Objektträgerblende vollkommen fest. Sollen Folienteile voneinander getrennt oder überhaupt entfernt werden, so empfiehlt es sich, dies ohne mechanische Beanspruchungen

einfach mit Hilfe eines dünnen, in Amylacetat getauchten Drahtes zu bewirken. In der Regel wird nicht ein Objektträger allein, sondern gleich eine größere Anzahl von Trägerblenden mit der Folie versehen. Hierbei ist es ratsam eine Fassung nach Art der Abb. 254 zu benutzen.

Jede Objektträgerfolie kann nur einmal mit einem Objekt beschickt werden, so daß die Folienherstellung und die Folienaufbringung zu den häufigsten Handlungen bei der Bedienung von Elektronenmikroskopanlagen gehört.

## 2. Aufbringung von Objektpartikeln auf die Trägerfolie.

Ist der Objektträger sauber gewesen und ist der Bohrgrat sorgfältig von der Objektträgerbohrung entfernt worden, so spannt sich die Objektträgerfolie völlig eben über die Blendbohrung. Die Aufbringung der Objektpartikel auf die Folie erfolgt am sichersten, indem man zunächst die Objektpartikel in Wasser oder in einem flüchtigen organischen Lösungsmittel aufschwemmt und dann mit Hilfe einer Platinöse, wie sie in der Bakteriologie üblich ist, vorsichtig einen Tropfen dieser Suspension auf die Folie legt. Schematisch ist dieser Vorgang in Abb. 255 dargestellt. Von Tropfengröße und Partikelzahl hängt schließlich die nach Auftrocknung gegebene *Dichte der Objektpartikel auf der Folie* ab. Durch mehr oder weniger starke Verdünnung der Objektpartikel in der Hilfsflüssigkeit läßt sich diese Dichte in weitesten Grenzen ändern. Bei der Aufbringung muß ängstlich darauf geachtet werden, daß nie die Platinöse unmittelbar die Folie berührt. Wegen der Kleinheit der Abstände und Abmessungen empfiehlt es sich unbedingt, die Präparierung unter einem Mikroskop, möglichst unter einem Stereomikroskop

vorzunehmen. Ein komplettes Instrumentarium zur Aufbringung von Objektpartikeln ist in Abb. 256 photographiert. Mit Hilfe kleiner Filtrierpapierschnitzel gelingt es unter dem Stereomikroskop leicht, während der Aufbringung den Tropfen teilweise wegzusaugen und ihn sogar noch zu verlagern. Auf diese Weise kann man die Anordnung und Dichte der Objektpartikel kurz vor der endgültigen Fixierung noch etwas in einem gewünschten Sinne beeinflussen.

Die Auftrocknungsgeschwindigkeit kann durch die in Abb. 256 mitabgebildete Wärmeplatte gesteigert werden, wenn dies erwünscht ist.

Bei ordnungsgemäßer

Folienherstellung ist die Folie jedenfalls vor der Belastung mit Elektronenstrahlung frei von Löchern und Rissen. Besitzt der Film feine Löcher, so dringt mitunter der aufgebraute Tropfen, insbesondere wenn es sich um ein gut benetzendes Suspensionsmittel handelt, auch auf die Unterseite der Folie.

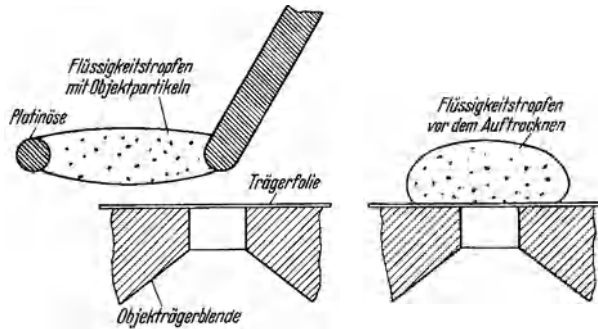


Abb. 255. Die Aufbringung von Objektpartikeln auf die Objektträgerfolie.

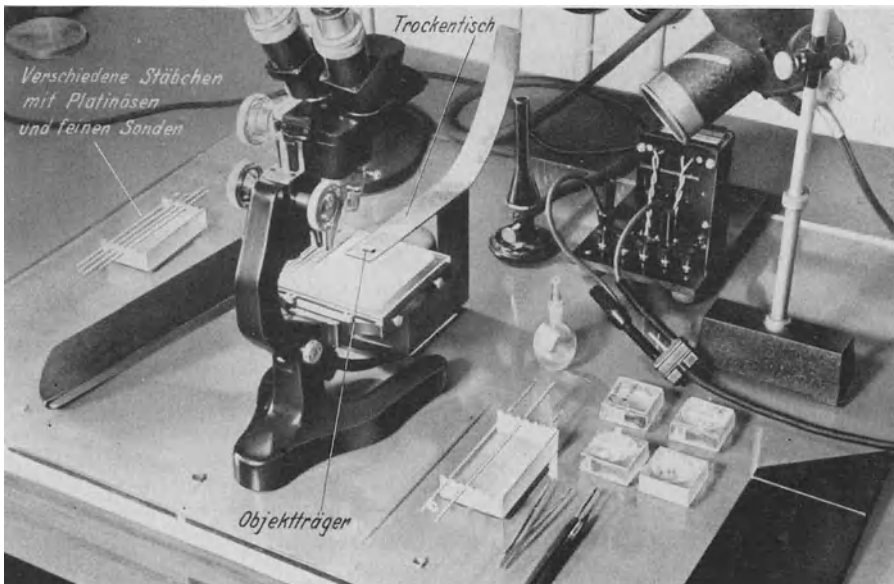


Abb. 256. Ein Instrumentarium zur Aufbringung von Objektpartikeln auf die Objektträgerfolie.

Dieser Vorgang ist an dem eigentümlichen Aussehen des Präparates, daß dem Bilde zweier übereinander gelagerter, nicht zusammenfließender Tropfen entspricht, zu erkennen. Nach dem Auftrocknen der Flüssigkeit kann trotz der teilweisen Ablösung der Folie die übermikroskopische Untersuchung solcher Präparate durchgeführt werden. Bei diesen Präparaten sind dann die Objektpartikel zu beiden Seiten der Trägerfolie verteilt.

Nach dem Auftrocknen haften die Objektartikel in der Regel so fest auf der Folie, daß die Präparate in geeigneten Transportvorrichtungen ebenso wie lichtmikroskopische Präparate versandt werden können. Die Bestandteile einer einfachen Transportvorrichtung zeigt Abb. 257. Die fertigen Objektpräparate sind meist lange Zeit haltbar, nur müssen sie sorgfältig vor Staub geschützt aufbewahrt werden.

Das zunächst beschriebene wichtige *Auftrocknungsverfahren* gehört zur Gruppe derjenigen Aufbringungsmethoden, bei der dünne Objektschichten durch Anlagerung der Partikel zustande kommen. Zur gleichen Gruppe gehört auch das *Absetzen*, *Ausscheiden* oder *Auskristallisieren von Partikeln* aus Lösungen

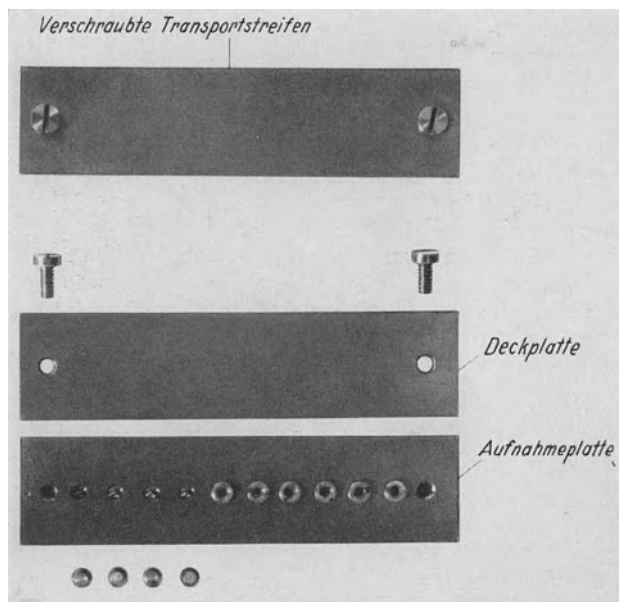


Abb. 257. Transportvorrichtung für präparierte Objektträger.

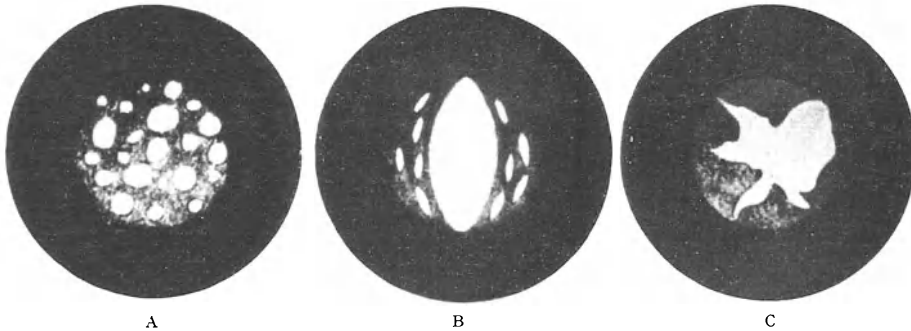
in Verbindung mit nachfolgender Trocknung. Weiterhin gehören hierher auch die Methoden der Gewinnung dünnster Schichten auf Folien durch *Sublimieren*, *Kathodenzerstäubung* und *Aufdampfen*. Besonders das Aufdampfen dünnster Metallschichten unter Vakuum, das bei dem Arbeiten mit Elektronenbeugungsanlagen große Bedeutung erlangt hat, ist in diesem Zusammenhang zu erwähnen. Bei einer zweiten Gruppe werden dünne Objektschichten durch Abbau ursprünglich dickerer Schichten erzielt. In diese Gruppe gehört das *einfache* und auch das *chemische Weglösen*, der *Abbau auf elektrolytischem Wege* und schließlich das *Absublimieren* bzw. *Abdampfen*.

### 3. Verhalten der Folienpräparate bei Durchstrahlung mit Elektronen.

Die Theorie der Energieaufnahme im Objekt ist ausführlich im Abschnitt D II dargestellt. Dort sind auch Zahlenwerte genannt über Belastungen, die von Objektträgerfolien bzw. definiert beschickten Objektträgerfolien ausgehalten werden oder nicht. Wir haben gesehen, daß die durchschnittlich während der Einstell- und Aufnahmeperiode vorkommenden Objektbelastungen nur wenig

tiefer liegen als die Belastungsgrenzen der Objekte mit Foliencharakter. Bei Anwendung größerer Kondensoraperturen oder bei Fehlbedienungen im Beleuchtungssystem können daher verhältnismäßig leicht *Folien-* und *Objektbeschädigungen* entstehen.

Aus der Theorie folgt, daß bei einer gegebenen Stromdichte die Wahrscheinlichkeit einer Überlastung von Objekten mit Foliencharakter für zunehmende Massendicke des Objektes ansteigt. Objekte von beispielsweise  $10^{-3}$  mm Dicke können daher infolge ihrer starken Energieaufnahme durch völlige oder teilweise Abbremsung der Elektronen die Trägerfolie zum Einreißen bringen. Bei der Bedienung des Kondensorsystemes empfiehlt es sich, darauf zu achten, daß die Objektbelastung nicht plötzlich, sondern durch Verkürzung der Brennweite des Kondensors langsam, das heißt im Verlaufe mehrerer Sekunden, auf den jeweiligen Maximalwert gesteigert wird. Während der An- und Ausschaltperiode



A. Folie mit bei der Herstellung oder im Elektronenstrahl entstandenen Löchern.  
 B. Infolge falscher Herstellung oder zu großen Blendendurchmessers gerissener Film.  
 C. Im Elektronenstrahl infolge zu dichter Beschickung gerissene Folie.

Abb. 258 A, B und C. Schematische Darstellung fehlerhafter Objektträgerfolien. (Zeichnung H. RUSKA.)

des Instrumentes sollte stets darauf geachtet werden, daß der Strahlstrom nur dann freigegeben bzw. der Kondensor eingeschaltet wird, wenn die volle Spannung am Instrument liegt. Auf diese Weise gelingt es zu verhindern, daß insbesondere bei magnetischen Mikroskopen trotz Einstellung auf lange Kondensorbrennweiten während des An- und Ausschaltvorganges Strahlengänge im Beleuchtungssystem durchlaufen werden, die infolge Kathodenabbildung in der Objektebene maximale Objektbelastungen ergeben.

Fehler und Einrißformen, wie sie bei mangelhafter Folienherstellung oder bei Folienüberlastung entstehen können, sind schematisch in Abb. 258 dargestellt.

Bei Untersuchung von Objekten besonders geringer Massendicke (z. B. Viren, einzelnen Molekülen) und bei Arbeiten mit Dunkelfeld, wo besonders dünne, mechanisch sehr instabile Trägerfolien notwendig sind, empfiehlt es sich, Objektträger mit Hilfsschichten und Poren von unter  $10^{-2}$  mm Durchmesser zu benutzen und die oben angegebene Lösung zur Trägerfolienherstellung noch weiter zu verdünnen, so daß eine ganz oder nahezu *monomolekulare Trägerschicht* entsteht.

Je dünner und je sauberer die Folie hergestellt ist, desto schwieriger wird es, ihr Vorhandensein vor Aufpräparation von Teilchen lichtmikroskopisch zu erkennen. Im Laboratorium des Verfassers dient zur Beurteilung der Folien und Folienpräparate ein Leitz-Ortholuxmikroskop, bei dem momentan zwischen Aufsicht-Hellfeldbeleuchtung (Opakilluminator) und Durchsicht-Hellfeldbeleuchtung gewechselt werden kann. Fast immer gelingt es, mit Aufsicht-Hellfeldbeleuchtung gerade noch die Folie wahrzunehmen. Wesentlich deutlicher zeichnet sich die Folie im Elektronenbilde ab. Rißstellen und Poren der Folie



sind besonders klar auf dem Zwischenbild-Leuchtschirm zu erkennen, wo neben dem kleinen Hellfeldbild in der Mitte fast der ganze Ausschnitt der Objektträgerbohrung als relativ lichtstarkes Dunkelfeldbild angesehen werden kann. Wir sehen hier die folienfreien Bereiche des Präparates tiefschwarz und die Folie selbst als matt leuchtende Fläche.

#### IV. Die Verwendung der Strahlungssonden für Mikromanipulationen.

Im Laufe des weiteren Ausbaues der elektronenmikroskopischen Untersuchungstechnik wird auch das Verlangen nach Methoden zu mikroskopischen und submikroskopischen Eingriffen an den untersuchten Objekten entstehen. Die mit Stahl- und Glassonden arbeitenden Mikromanipulatoren der lichtmikroskopischen Technik besitzen für viele kommende Aufgaben nicht die erforderliche Feinheit (insbesondere SONDENSCHÄRFE). Hier dürfte in späterer Zukunft die *Elektronensonde* und *Ionensonde* wertvolle Dienste leisten<sup>1</sup>. Die theoretischen Grundlagen zur Berechnung der Intensität von Elektronen- und Ionensonde als Funktion der SONDENSCHÄRFE finden sich in den Buchabschnitten C II 9a und .F V 3.

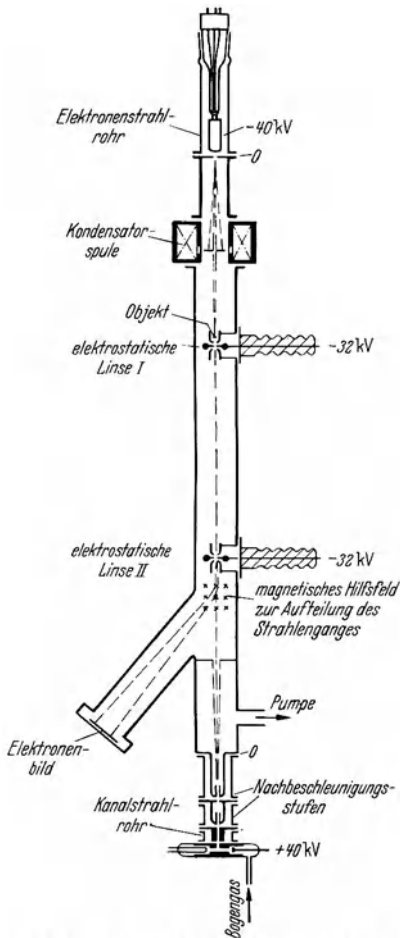


Abb. 259. Elektrostatisches Elektronenmikroskop kombiniert mit Ionensonde.

Sonden eintreten. Allerdings ist zu beachten, daß die Sonde infolge der räumlichen Teilchenstreuung nur an der Oberfläche von Objektschichten ihre volle Schärfe besitzt.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. V.: Die Verwendung der Elektronensonde für Mikromanipulationen. Z. Naturwiss. Bd. 26 (1938) Heft 34 S. 562.

An der Spitze der *Elektronensonde* ist eine außerordentliche Konzentration von Elektronenenergie gegeben, die beim Einwirken auf organische Präparate im allgemeinen zwar noch nicht lichtmikroskopisch wahrnehmbare Verbrennungserscheinungen bewirkt, jedoch lokale Schädigungen in lebenden Substanzen hervorruft. Ein interessantes Anwendungsgebiet der ruhenden Elektronensonde wird darin erblickt, die letztere dazu zu verwenden, an bestimmten Zellteilen oder Kernteilen *punktweise, lokalisierte Verletzungen* vorzunehmen. Gegenüber den bisher in der biologischen Forschung benutzten Sonden hat diese Strahlungssonde den Vorteil, daß sie eine außerordentlich viel größere Schärfe besitzt und daß in den oberhalb oder unterhalb der interessierenden Objektschicht gelegenen Schichten nur Schädigungen eintreten können, die klein sind gegenüber den Verletzungen am Ort der Sondenspitze und gegenüber den Zerstörungen, die bei Anwendung mechanischer

An der Spitze der *Ionensonde* bewirkt die kinetische Energie der auftreffenden Ionen ein lokales Verdampfen der Materie, so daß die Ionensonde auch zur Ausführung mechanischer Verletzungen, zum Zerschneiden und zum Durchbohren von Objekt partikelchen in Frage kommt.

Zur praktischen Durchführung von Eingriffen ist es notwendig, die Auftreffstelle der Strahlensonde zu kennen und an einen gewünschten Ort zu verschieben. Das letztere gelingt durch bekannte Objektverschiebungs- oder Sondenablenkungsmethoden, während die schwierigere erstere Aufgabe durch Kombination der Sondeneinrichtung mit einem (Aufsicht-) Mikroskop gelöst werden kann. Hierbei wäre vor Durchführung der Manipulationen die Lage der Auftreffstelle mit Hilfe eines kornlosen Fluoreszenzschirmes und beispielsweise eines Okularmikrometers genau festzulegen.

In diesem Zusammenhang ist nicht uninteressant, daß bei der Ionensonde grundsätzlich während der Durchführung der Mikromanipulation am Präparat gleichzeitig das Objekt übermikroskopisch beobachtet werden kann<sup>1</sup>. Hierzu ist es nur notwendig, den Strahlengang des Elektronenmikroskops hinter dem Mikroskopobjektiv, zweckmäßig gegebenenfalls sogar erst hinter der Projektionslinse, durch ein homogenes Magnetfeld etwas abzuknicken, und weiterhin als abbildende Optiken elektrostatische Linsen zu verwenden. Schematisch ist eine solche Anordnung in Abb. 259 angedeutet. Da der Ionenstrahl durch das homogene magnetische Hilfsfeld nicht merklich abgelenkt wird, kann das System zur Erzeugung des Kanalstrahls von kleinem Anfangsquerschnitt etwa auf der optischen Achse des Objektives belassen werden, so daß das Kanalstrahlensystem und die hinter der Knickstelle liegenden Bestandteile des Elektronenmikroskops räumlich voneinander getrennt sind. Durch Bewegung der Kanalstrahlenquelle in der Ebene senkrecht zur optischen Achse kann die Auftreffstelle der Sonde auf dem beobachteten Objektausschnitt beliebig verlagert werden. Da die brechende Wirkung elektrostatischer Linsen auf Elektronen und Ionen gleich groß ist, wird automatisch bei Einstellung auf größte Schärfe des Elektronenbildes auch größte Schärfe der Ionensonde in der Objektebene herbeigeführt. Mit der zuletzt angedeuteten Kombinationsanlage erscheint es beispielsweise möglich, Löcher submikroskopischer Feinheit in Folien zum Zwecke der Filterherstellung zu bohren und gleichzeitig den Bohrvorgang in allen Einzelheiten übermikroskopisch zu verfolgen.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über eine Ionensonde großer Schärfe. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 12 S. 344.

# M. Die Bestimmung des Auflösungsvermögens.

## I. Die verschiedenen Methoden.

Das Auflösungsvermögen der Elektronenmikroskope wird durch das Zusammenwirken einer größeren Anzahl Einzelfehler bestimmt. Der Gesamtfehler kann auf theoretischem Wege wegen der Ungenauigkeit einer Berechnung der Einzelfehler nur ungefähr abgeschätzt werden. Für die genaue Ermittlung des tatsächlichen, erreichten Auflösungsvermögens ist nur der experimentelle Weg gangbar. Um das Auflösungsvermögen eines Mikroskopes aus den erzielten Bildern herzuleiten, kommen im wesentlichen drei Methoden in Frage:

1. Die Untersuchung von Objekten, deren Strukturen an der Grenze des Auflösungsvermögens liegen und in ihren Abmessungen genau bekannt sind.

2. Die Bestimmung der kleinsten Strecke zwischen gerade noch getrennt sichtbaren Bildpunkten oder Bildkonturen von elektronenmikroskopischen Bildern bei bekannter linearer Vergrößerung.

3. Die mikrophotometrische Untersuchung der Übergangskurve an einer ideal scharfen Kontur des Objektes bei bekannter linearer Vergrößerung.

## II. Die praktische Durchführung der Bestimmung.

Der zuerst genannte Weg ist in der Lichtmikroskopie allgemein üblich, nachdem verschiedene Diatomeenarten als Testobjekte zur Verfügung stehen, die den aufgeführten Bedingungen entsprechen. Ähnliche, wohldefinierte und regelmäßig gebaute Objekte mit zwei Größenordnungen feineren Strukturen, die für die Prüfung von Elektronenmikroskopen vorzügliche Dienste leisten würden, sind zur Zeit noch nicht bekannt. Man hat allerdings bereits kolloidchemische Objekte, bei denen die Teilchengröße aus indirekten Methoden mit brauchbarer Genauigkeit abgeleitet werden konnte, für die Untersuchung des Leistungsvermögens von Elektronenmikroskopen eingesetzt<sup>1</sup>. Auch ist nicht unwahrscheinlich, daß das Auflösungsvermögen in absehbarer Zeit den Wert der Gitterabstände in Kristallen erreicht. Dann steht eine große Anzahl natürlicher Objekte für dieses Verfahren zur Verfügung. Vielleicht wird es auch inzwischen gelingen, gröbere Testobjekte ausfindig zu machen oder herzustellen, bei denen die Teilchengröße oder sonstige Feinstruktur gleichbleibend und mit großer Genauigkeit bekannt ist. Solange jedoch solche Objekte nicht oder nicht allgemein zur Verfügung stehen, ist man auf die weiteren, oben erwähnten Wege zur Ermittlung des Auflösungsvermögens angewiesen.

Der zweitgenannte Weg stellt an die Objektstruktur wesentlich geringere Anforderungen. Er setzt lediglich voraus, daß an irgendeiner Stelle des untersuchten Objektausschnittes Einzelheiten vorhanden sind, deren freier Abstand mit dem Auflösungsvermögen des Mikroskopes im wesentlichen übereinstimmt.

<sup>1</sup> KRAUSE, F. u. D. BEISCHER: Kolloidchemische und biologische Untersuchungen mit dem Elektronenmikroskop. Vortrag im Kaiser Wilhelm-Institut für physikalische Chemie, 9. Nov. 1937.

Trotzdem diese Voraussetzung recht speziell erscheint, finden sich doch erfahrungsgemäß eine sehr große Anzahl von Objekten, bei denen dieser Bedingung genügt ist. Gewisse kolloidchemische Präparate und Kristallpräparate<sup>1</sup> sind vorzüglich geeignet für die Bestimmung des Auflösungsvermögens nach dieser Methode. Die Größe der kleinsten aufgelösten Strecke wird im Anschluß an Gepflogenheiten der Lichtoptik definiert als Abstand der Schwerpunkte zweier gerade noch getrennt erscheinender kleiner Teilchen möglichst gleicher Größe. Dieses ausgezeichnete Verfahren liefert um so genauere Werte für das Auflösungsvermögen, je kleiner die Abmessungen der Teilchen sind und je größer die Massendicke der Teilchen ist. Bei Anwendung hoch gereinigter, hoch disperser Metallkolloide auf (besonders dünn hergestellten) Folien gelingt es, vor allem bei großen Gesichtsfeldern, fast immer, Partikel zu finden, bei denen zufällig Lage und Abmessungen den obigen Bedingungen genügen. Selbstverständlich muß bei diesem Vorgehen (ebenso wie bei der weiteren angegebenen Methode) die lineare Vergrößerung genau bekannt sein. Die letztere wird am einfachsten durch einen Vergleich der Elektronenbilder mit geeichten lichtmikroskopischen Bildern der gleichen Strukturen gewonnen. — Gut geeignet zur *Bestimmung der elektronenoptischen Vergrößerung* sind Aufnahmen von Diatomeen.

- a Übergangskurve bei durch Beugung begrenztem Auflösungsvermögen.  
 b Intensitätsverteilung der Beugungsfigur eines abgebildeten Punktes.  
 c Vergleichskurve des Helligkeitsüberganges bei extrafokaler optischer Abbildung.

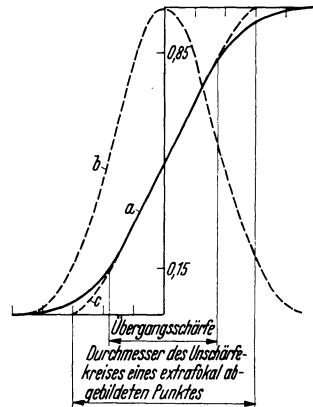


Abb. 260. Der Zusammenhang zwischen der wahren Übergangskurve (a) eines sprunghaften Intensitätsübergangs und dem Auflösungsvermögen.

Der dritte Weg hat im Hinblick auf die Objektstruktur nur zur Voraussetzung, daß an irgendeiner Stelle des Objektes eine scharfe Kontur besteht. Diese Voraussetzung ist bei der Mehrzahl der übermikroskopischen Präparate erfüllt. Die zuletzt genannte Methode, die auch zur Bestimmung des Auflösungsvermögens in Zeilenrichtung beim Elektronen-Rastermikroskop herangezogen werden kann, hat den Nachteil, daß bei ihr die Gradationskurven des photographischen Negativ- und Positivprozesses mit eingehen. Auch mit ihrer Hilfe gelingt es bei Beachtung aller Faktoren, das Auflösungsvermögen des elektronenmikroskopischen Bildes ausreichend genau zu ermitteln. Die quantitativen Zusammenhänge über die durch photographische Prozesse bedingte Vergrößerung der Schärfe des Überganges sollen in den folgenden Zeilen besprochen werden.

Die verschiedenen Fehlereinflüsse lassen bei Abbildung eines sprunghaften Intensitätsüberganges eine Übergangskurve entstehen. Zunächst werde die wahre, durch keinen photographischen Prozeß verfälschte Übergangskurve betrachtet. Als Maß für die Auflösung soll diejenige auf die Objektebene bezogene Strecke angesehen werden, die den Übergangsbereich zwischen den Werten 15 und 85% der Maximalintensität umfaßt. Diese Definition entspricht den bei der Bildübertragung üblichen Normen und findet sich schon oben im Zusammenhang mit Abb. 30. In Abb. 260 Kurve a ist eine Übergangskurve dargestellt,

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. E. RUSKA: Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 8 S. 225.

die unter Berücksichtigung des Beugungsfehlers aus der Intensitätsverteilung (Kurve *b*) der Beugungsfigur eines abgebildeten Punktes graphisch ermittelt wurde. Der Unterschied der Beugung des hier als selbstleuchtend angenommenen Objektes gegenüber der Beugung eines beleuchteten Objektes kann in diesem Zusammenhang vernachlässigt werden. Bei Berücksichtigung anderer Fehlerinflüsse als der Beugung wird ein nur wenig von der Kurve *a* abweichender Übergang erhalten, wenn die Intensitätsverteilungskurve *b* durch eine GAUSS'sche Fehlerkurve gleicher Halbwertsbreite ersetzt wird.

Durch Einschaltung eines photographischen Prozesses erfährt die Übergangskurve je nach der Gradationskurve des verwendeten Materials und den Arbeitspunkten auf dieser Kurve eine Änderung.

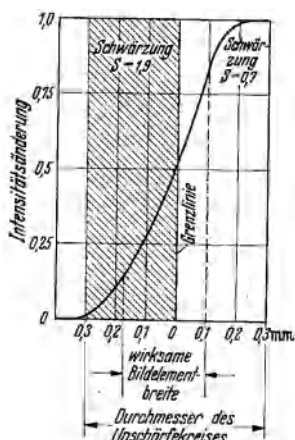


Abb. 261. Einfluß der Gradationskurve auf die Übergangsschärfe. Messung bei Grauwertübergang.

Ein Beispiel für den Einfluß der Gradationskurve zeigt die Messung Abb. 261. Durch extrafokale Abbildung der Grenzlinie zweier Helligkeitsbereiche wurde ein Übergang von bekanntem Verlauf erhalten, für dessen Bestimmung der Durchmesser des Unschärfekreises eines abgebildeten Punktes eingeführt wurde. Der wahre Helligkeitsverlauf ist in Abb. 260c in solchem Maßstab wiedergegeben, daß sein Hauptbereich mit der Kurve *a* zur Deckung kommt. Die mikrophotometrische Messung des photographisch aufgenommenen Helligkeitsverlaufes zeigt Abb. 261. Bei den hier verwendeten Schwärzungen 0,7 und 1,9 der Intensitätsgrenzen wurde die wirksame Bildelementbreite, die der kleinsten auflösbaren Strecke im Mikroskopbild entspricht, um 20% verringert.

Zur genauen Ermittlung des durch den photographischen Prozeß bedingten Korrekturfaktors ist erforderlich, die Gradationskurve des verwendeten Photomaterials aus einer Art Graukeilbelichtung (zweckmäßig neben dem Mikrogramm) zu messen und daraus die wahre Übergangskurve darzustellen.

Die vorstehenden Betrachtungen zeigen, daß also die Bestimmung des Auflösungsvermögens an Hand einer Schwarz-Weißkontur nicht erlaubt ist. Der photographische Fehler kann vernachlässigt werden, wenn die beiden Arbeitspunkte nahe beieinander auf dem mittleren linearen Teil der Gradationskurve mit dem Anstieg  $\gamma \approx 1$  liegen. Praktisch ist jedoch das Arbeiten mit zwei nahe benachbarten Grauwerten deswegen schwierig, weil der Verlauf der Übergangskurve wegen des kleinen absoluten Betrages der Änderung schwer meßbar wird. Aus diesem Grund empfiehlt es sich, mit Grauwerten zu arbeiten, die wie in dem angegebenen Beispiel weiter auseinanderliegen und dann die eintretende photographische Verzerrung durch einen Korrektionsfaktor auszugleichen.

Bei Berücksichtigung der vorstehenden Ausführungen gelingt die Bestimmung des Auflösungsvermögens aus der Konturenschärfe in elektronenmikroskopischen Aufnahmen mit einer Genauigkeit von  $\pm 25\%$ , wenn die Übergangskurven selbst durch handelsübliche Mikrophotometer mit großer Genauigkeit ermittelt werden.

# N. Stereo-Elektronenmikroskopie.

## I. Die Grundlagen.

Eine der wichtigsten Voraussetzungen bei der Aufnahme von Stereobildern besteht darin, daß das benutzte optische System alle Raumebenen des Objektes mit guter Schärfe abbildet. In der Lichtmikroskopie ließ sich diese Voraussetzung gerade für die Erforschung von Strukturen, die an der Grenze des Auflösungsvermögens liegen, nicht erfüllen, weil die Immersionsobjektive infolge ihrer hohen Aperturen zwangsläufig eine sehr geringe Tiefenschärfe besitzen. So hat die stereoskopische Methode hier nur eine untergeordnete Bedeutung erlangen können. Meist hat man sich damit helfen müssen, den wahren räumlichen Aufbau dickerer Objekte aus einer Vielzahl von Objektschnitten oder durch Reihenaufnahmen bzw. Reihenbeobachtungen mit stufenweise geänderter Scharfstellung zu rekonstruieren. Das Elektronenmikroskop erfüllt dagegen die obige Voraussetzung in fast idealer Weise und bietet somit die Möglichkeit, aus einem einzigen stereoskopischen Doppelbild den räumlichen Aufbau des Objektes bei für alle Raumebenen höchster Bildschärfe sichtbar zu machen<sup>1</sup>. Die *Tiefenschärfe* gibt zahlenmäßig die Ausdehnung des mit größter Schärfe abgebildeten Bereiches in Richtung der Mikroskopachse an. Beispielsweise folgt aus der im Buchabschnitt B I 2 gegebenen Beziehung für ein wirksames Öffnungsverhältnis  $D/f$  des Objektivs von  $3 \cdot 10^{-3}$  und ein Auflösungsvermögen von  $3 \cdot 10^{-6}$  mm ( $3 \mu$ ), daß eine Objektausdehnung von  $2 \mu$  in Richtung der Mikroskopachse mit höchster Schärfe abgebildet wird. Das ist etwa auch der Durchmesser des Gesichtsfeldes, den ein Mikroskop des zugrunde gelegten Auflösungsvermögens besitzt.

Für das Zustandekommen einer stereoskopischen Beobachtung ist es bekanntlich notwendig, ein und dasselbe Objekt von zwei verschiedenen Richtungen, die um den *Achsenkonvergenzwinkel der Abbildungssysteme* voneinander abweichen, zu photographieren. Die so erhaltenen Teilbilder werden nachher im Stereoskop zu einem räumlich erscheinenden Bilde vereinigt. Ein annähernd geometrisch ähnliches Raumbild von der Objektstruktur entsteht bei der Mikrosteriophotographie nur dann, wenn der erwähnte Achsenkonvergenzwinkel gleich dem Betrachtungswinkel des benutzten Stereoskopapparates wird<sup>2</sup>. Eine kleine Verzeichnung tritt dadurch ein, daß die stereoskopischen Teilbilder bei der Wiedergabe in einer Ebene liegen, also nicht genau die gleiche Neigung gegeneinander wie bei der Aufnahme haben. Diese Verzeichnung ist jedoch unter den praktischen Bedingungen nicht merkbar.

Durch Vergrößerung des Achsenkonvergenzwinkels gegenüber dem Betrachtungswinkel wird die Tiefenausdehnung des Objektes im Verhältnis der Winkelwerte scheinbar gesteigert und umgekehrt. Bei Betrachtung feinsten Objekte auf Folien kann es zweckmäßig sein, den Konvergenzwinkel gegenüber dem normalen Winkel von etwa  $12^\circ$  zu vergrößern. Schon bei verschiedenen später gebrachten Stereoaufnahmen von Metalloxydrauchen bereitet bei einigen

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Ergebnisse einer neuen Elektronen-Übermikroskopanlage. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 8 S. 113.

<sup>2</sup> Vgl. L. E. W. VAN ALBADA: Stereophotographie. In Handbuch der wissenschaftlichen und angewandten Photographie, Bd. 6, Teil 1, S. 53. Berlin: Julius Springer 1931.

im Vordergrund befindlichen Partikeln die Konturenvereinigung Schwierigkeiten, obwohl diese Bilder bereits mit einem auf  $4^\circ$  herabgesetzten Achsenkonvergenzwinkel gewonnen wurden. Wenn man annimmt, daß ein in 30 cm Augenabstand befindliches Objekt noch in einer Tiefenausdehnung von 100 mm mühelos betrachtet werden kann, so folgt daraus, daß die bei  $12^\circ$  Konvergenzwinkel zulässige Tiefenausdehnung des Objektes

$$z = \frac{100}{V} \text{ mm}$$

wird, wobei  $V$  die Gesamtvergrößerung (Produkt aus elektronenoptischer Vergrößerung, optischer Nachvergrößerung und Lupenvergrößerung) ist. Für eine Stereobildvergrößerung von beispielsweise 25000fach und eine Lupenvergrößerung von  $2\frac{1}{2}$  folgt somit für die ohne Augenanstrengung erkennbare

Tiefenausdehnung des Objektes ein Wert  $z = 1,6 \mu$ . Dieser Wert hat also etwa die gleiche Größe wie die Tiefenschärfe und das Gesichtsfeld des Elektronenmikroskopes. Für noch stärker ausgedehnte Objekte muß der Konvergenzwinkel künstlich entsprechend herabgesetzt werden. Genügt es nicht, aus der Betrachtung des Stereobildes eine Vorstellung über die räumliche Struktur des Objektes zu gewinnen, sondern soll die *wahre geometrische Anordnung der Teilchen* erforscht werden, so kann diese in jedem einzelnen Fall auf Grund der bekannten Hauptgleichungen der Stereophotographie<sup>1</sup> nach Ausmessung der stereoskopischen Teilbilder berechnet werden.

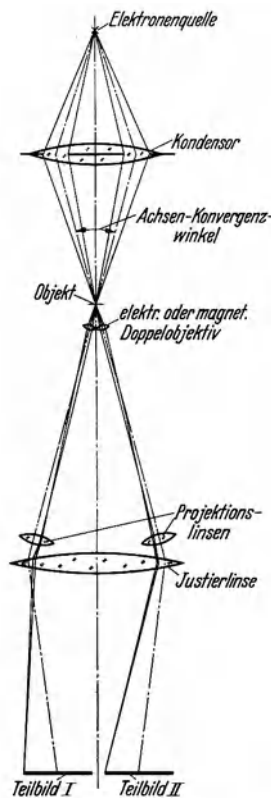


Abb. 262.  
Doppelektronenmikroskop für unmittelbare Stereobetrachtung.

## II. Verschiedene Anordnungen zur Gewinnung stereoskopischer Teilbilder bei Elektronenmikroskopen.

Die Herstellung stereoskopischer Teilbilder ist grundsätzlich sowohl mit normalen Elektronenmikroskopen als auch mit den verschiedenen Elektronensonden-Mikroskopen möglich. Die in den vorausgegangenen Buchabschnitten besprochenen Methoden und Einrichtungen lassen sich nahezu unverändert für das stereoskopische Verfahren nutzbar machen, so daß die Besprechung dieses Verfahrens erst an dieser späten Stelle des Buches vorgenommen werden soll. Ein in praktischer Hinsicht wesentlicher Unterschied ist bei dem Stereoverfahren hauptsächlich nur dadurch gegeben, daß ein besonders sicheres und stabiles Arbeiten des Instrumentes zu verlangen ist, weil nur dann stereoskopische Bilder höchster Qualität erhalten werden, wenn *zwei völlig gleichwertige Einzelaufnahmen bester Schärfe* zur Verfügung stehen.

Zur Gewinnung stereoskopischer Teilbilder bestehen verschiedene Wege<sup>2</sup>, die im folgenden in Verbindung mit dem normalen Elektronenmikroskop

<sup>1</sup> ALBADA, L. E. W. VAN: Stereophotographie. In Handbuch der wissenschaftlichen und angewandten Photographie, Bd. 6, Teil 1, S. 11. Berlin: Julius Springer 1931.

<sup>2</sup> ARDENNE, M. V.: Stereo-Übermikroskopie mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 16 S. 248.

besprochen werden sollen. Durch sinngemäße Abwandlung der Konstruktionen lassen sich analoge Einrichtungen für die Sondenmikroskope ableiten.

Durch Anwendung elektrischer oder magnetischer Doppelobjektive, wie sie vom Verfasser für die Zwecke des Elektronen-Mikrooszillographen<sup>1</sup> entwickelt worden sind, läßt sich, wie Abb. 262 andeuten soll, das binokulare lichtoptische Stereomikroskop nachbilden. Die Ansicht des Polschuhsystemes eines *magnetischen Doppelobjektives* vermittelt Abb. 263. Durch Weiterentwicklung des abgebildeten Doppelobjektives läßt sich der Abstand der Objektivmitten (8 mm) noch weiter herabsetzen, so daß ein relativ kurzbrennweitiges Doppelobjektiv mit geeigneten Achsen zur Verfügung stehen würde. Durch geeignete Führung des Strahlenganges in Verbindung mit Hilfsablenkfeldern dürfte es sogar gelingen, ein *Doppelelektronenmikroskop* zu bauen, bei dem durch Fluoreszenzschirmbeobachtung mit Hilfe eines Stereoskopes unmittelbar ein Raumbild des Objektes sichtbar wird.

Fast alle übermikroskopischen Objekte zeigen jedoch keine schnellen Bewegungen. In der Regel genügt es daher, einem bekannten Verfahren der Lichtmikroskopie<sup>2</sup> zu folgen und *zeitlich nacheinander durch unterschiedliche Neigung der Hauptebene des Objektes die stereoskopischen Teilbilder mit einem einzigen Mikroskopsystem* zu gewinnen<sup>3</sup>. Infolge der hohen Vergrößerung genügen schon durch die Schwenkung bedingte seitliche Objektauswanderungen von nur  $10^{-4}$  mm, um das Gesichtsfeld kritisch zu verlagern. Da andererseits selbst bei sorgfältigster mechanischer Ausbildung der Objektschwenkeinrichtung die unvermeidlichen Auswanderungen einige Größenordnungen höher liegen, konnte dieser Weg erst dann zu praktischen Ergebnissen führen, als gleichzeitig eine Objektverstellung zur Nachjustierung des Gesichtsfeldausschnittes vorgesehen wurde.

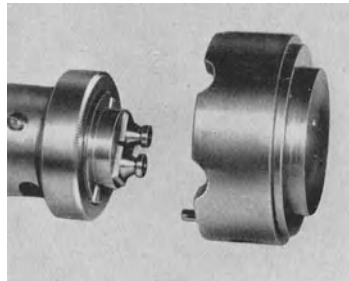


Abb. 263. Magnetische Doppelpolschuhlinse (v. ARDENNE).

Eine primitive, vom Verfasser für erste Vorversuche ausgebildete Methode, um die erforderlichen Objektneigungen herbeizuführen, wird durch die Zeichnung Abb. 264 angedeutet. Hier befindet sich der Objektträger geneigt in der Objektpatrone, wobei die Bohrung in der letzteren so ausgeführt ist, daß die Durchtrittsöffnung der Objektträgerblende genau in der optischen Achse liegt. Nach Aufnahme des ersten Teilbildes wird die Objektpatrone ausgeschleust und ebenso wie der Objektträger selbst um  $180^\circ$  gedreht wieder eingesetzt. Es resultiert dann eine Schwenkung des Objektträgers und damit des Objektes um den eingezeichneten *Schwenkungswinkel*, der dem oben besprochenen Achsenkonvergenzwinkel des Objektivsystemes entspricht. Dieser Weg hat den Nachteil, daß das Objekt zwischen zwei Aufnahmen wieder an Luft gebracht werden muß, wo es sich leicht verändern kann (Wasseraufnahme, Aggregation von Teilchen, Reißen von Folien usw.). Er dürfte jedoch vorübergehend bei Übermikroskopkonstruktionen ohne Stereoeinrichtung gute Dienste leisten, da er ohne konstruktive Umgestaltung des Objekt-Objektivsystemes beschränkt werden kann.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Der Elektronen-Mikrooszillograph. Hochfrequenztechn. Bd. 54 (1939) Heft 6 S. 181.

<sup>2</sup> ALBADA, L. E. W. VAN: Stereophotographie. In Handbuch der wissenschaftlichen und angewandten Photographie, Bd. 6, Teil 1, S. 52, Abb. 68.

<sup>3</sup> Diese Erkenntnis findet sich beiläufig schon in einer Patentbeschreibung erwähnt: E. RUSKA: DPR. 659092 vom 12. 12. 1934.



Wesentlich vorteilhafter ist die durch Abb. 265 charakterisierte Anordnung, bei der die Objektschwenkung unter Vakuum vorgenommen werden kann. Diese Einrichtung beruht darauf, daß die Objekthalterung auf einer zylindrischen oder sphärischen Gleitfläche (vgl. hierzu die Konstruktion der Objektschwenkeinrichtung des Keilschnittmikrotoms) verschoben wird, deren Krümmungsmittelpunkt mit der Bohrung der Objektträgerblende zusammenfällt.

Als erstes Elektronen-Übermikroskop ist das Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers<sup>1</sup> mit einer Einrichtung zur Herstellung stereoskopischer Teilbilder versehen worden. Die Außenansicht des *Stereo-Objektiveinsatzes* vermittelt Abb. 266. Mit Hilfe eines Drehknopfes kann bei arbeitendem Instrument jeder beliebige Objektschwenkungswinkel bis zu  $\pm 6^\circ$  herbeigeführt

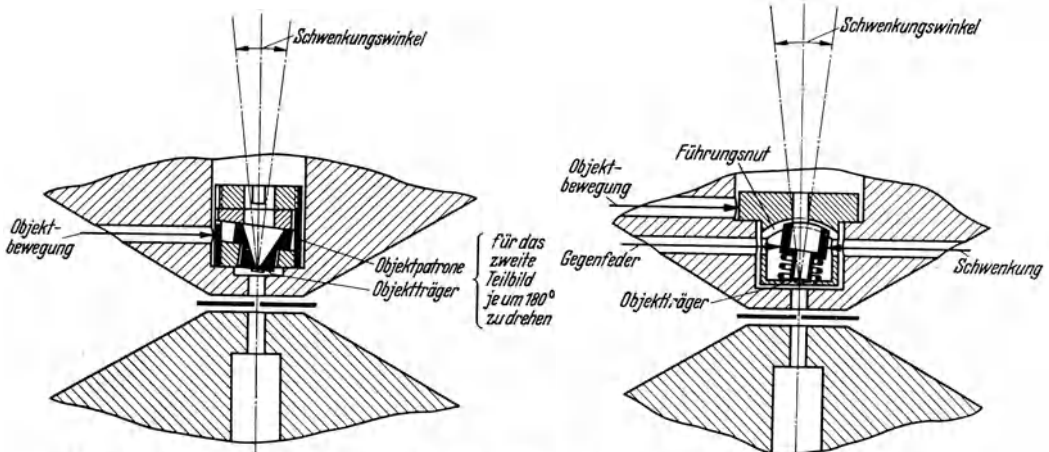


Abb. 264. Objektpatrone mit geneigter Auflage des Objektträgers zur behelfsmäßigen Herstellung je eines stereoskopischen Teilbildes.

Abb. 265. Objektschwenkeinrichtung zur Herstellung stereoskopischer Teilbilder. (Nach v. ARDENNE.)

werden. Die jeweils eingestellte Objektträgerneigung ist an dem mit einer Winkelteilung versehenen Antriebknopf ablesbar. Die seitliche Auswanderung des beobachteten Objektausschnittes ist so gering, daß schon kleine Nachstellungen der Objektbewegung genügen, um den alten Objektausschnitt wiederherzustellen. Die zwei stereoskopischen Teilbilder werden jeweils zusammen auf eine  $4\frac{1}{2} \times 6$  cm-Schuman-Platte aufgenommen.

Als Beispiel ist in Abb. 267 das *Stereobild* einer Partie nahe dem Rande einer *Pleurosigma angulatum-Diatomee* wiedergegeben. Deutlich nehmen wir unter dem Stereoskop wahr, daß die ovalen Öffnungen auf einer vorne liegenden Schale und die strichförmigen Öffnungen sich auf einer dahinter liegenden Schale befinden. Das Bild ist ebenso wie später gebrachte Stereoaufnahmen so bemessen, daß die Betrachtung mit Hilfe eines normalen, handelsüblichen Stereoskopes (z. B. ZA-Taschenstereoskop,  $6 \times 13$  cm von Zeiß) erfolgen kann. Gerade das über vergrößernde Lupen angesehene Stereobild verlangt höchste Bildschärfe. Auflösungsvermögen und Übergangsschärfe liegen bei den Originalabzügen der Stereobilder dieses Formates zweckmäßig und meist bei Werten zwischen 2 und  $4 \cdot 10^{-2}$  mm. Selbst bei den feinsten Druckrastern liegen die entsprechenden Daten etwa eine Größenordnung höher, so daß die Reproduktion derselben im Druck stets nur eine sehr mangelhafte Orientierung über

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Über ein Universal-Elektronenmikroskop für Hellfeld-, Dunkelfeld- und Stereobild-Betrieb. Z. Phys. Bd. 115 (1940) Heft 5/6 S. 339.

die tatsächlich erhaltene Raumbildqualität vermitteln kann. Am Schluß des Buches sind daher auf einer Tafel verschiedene *photographisch vervielfältigte*

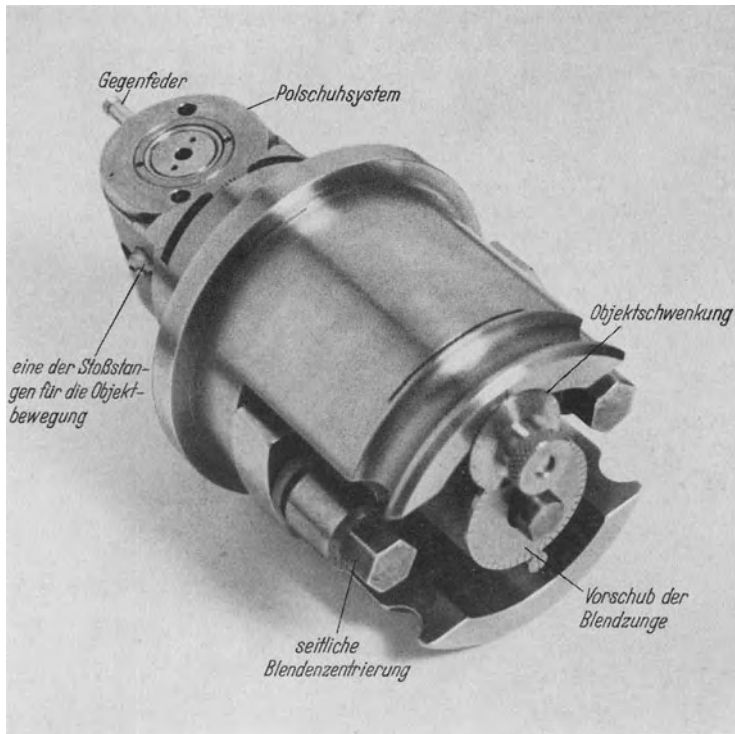


Abb. 266. Stereo-Objektiveinsatz des Universal-Elektronenmikroskopes.

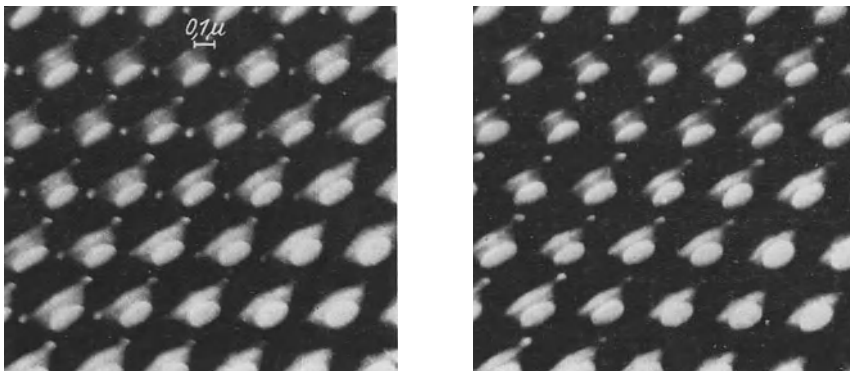


Abb. 267. Stereo-Elektronenbild der *Pleurosigma angulatum*-Diatomee. Die strichförmigen Öffnungen der hinteren Schale werden mit etwas verminderte Schärfe durch die vordere Schale hindurch abgebildet. Vergrößerung 25 000fach. 4° Schwenkungswinkel. (Aufnahme v. ARDENNE.)

*Stereoaufnahmen* von charakteristischen Objekten wiedergegeben. Sie mögen genügen, trotzdem auch bei ihnen einige feinere Einzelheiten durch den doppelten photographischen Prozeß verloren gegangen sind, um die Leistungsfähigkeit der hier besprochenen Methoden und Anordnungen zu veranschaulichen. Darüber

hinaus soll das letzte Bild der Tafel zum Ausdruck bringen, daß die gleichen Mittel auch vorzüglich geeignet sind, um wie bei einem Stereokomparator die *Auffindung von Veränderungen des Objektes* zu erleichtern. Bei dieser Aufnahme von unentwickelten Bromsilberkörnern ist zuerst das rechte Teilbild und sodann das linke Teilbild photographiert worden, so daß bei dem linken Teilbild die Bromsilberkörner eine etwas längere Zeit der Elektronenstrahlung ausgesetzt gewesen sind. Wir sehen daher neben den durch die Parallaxe verursachten Bildunterschieden zugleich die Veränderungen der Bromsilberkörner infolge der längeren Elektroneneinwirkung.

Durch das besprochene Verfahren der Stereo-Übermikroskopie wird der unmittelbare räumliche Einblick in Dimensionen vermittelt, die drei Größenordnungen unter denjenigen liegen, die bisher mit den binokularen Stereo-Lichtmikroskopen gesehen werden konnten. Gerade für das Erkennen und Deuten noch *unerforschter* Objekteinheiten leistet das Stereoverfahren sehr wertvolle Dienste. In vielen Fällen wird erst auf diesem Wege der wahre Aufbau der durch das Elektronenmikroskop in unser Blickfeld gerückten feinen Strukturen offenbart.

# O. Die Ergebnisse der Elektronen-Übermikroskopie auf den verschiedenen Anwendungsgebieten.

## I. Die Anwendung des Elektronenmikroskopes auf physikalische, chemische und technische Probleme.

Durch das Elektronenmikroskop werden Dimensionen der unmittelbaren Beobachtung erschlossen, deren Erfassung früher nur durch indirekte, teilweise sehr unvollkommene Methoden möglich war. So ungeheuer fruchtbar die Spektroskopie mit Röntgenstrahlen und Elektronenstrahlen für die Erforschung der Struktur und des Feinbaus der Materie gewesen ist, so lassen sich mit ihrer Hilfe Aussagen über Größe und Form der untersuchten Objekte nur unter besonderen Umständen gewinnen. Beispielsweise gelingt es aus der Halbwertsbreite der ringförmigen Spektrallinien beim Debye-Scherrer-Verfahren allein in solchen Fällen die Größe der Teilchen abzuschätzen, wo eine regelmäßig aufgebaute Struktur gegeben ist und die mittlere Teilchengröße etwa  $50 \mu\mu$  nicht wesentlich überschreitet. Noch schwieriger gestaltet sich die röntgenographische Bestimmung der Teilchenform. Ganz versagen diese Verfahren, wenn es sich um amorphe Substanzen handelt.

Je weiter unser Blick in die Erscheinungsformen des Ultramikrokosmos eindringt, je mehr das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes sich den Atomdimensionen nähert, desto charakteristischer, einheitlicher und einfacher wird das Gesehene. Diese Tatsache ist nicht überraschend, denn mit diesen Fortschritten rücken die Bausteine der Natur in unser Gesichtsfeld.

Eine der wichtigsten Teilaufgaben der Elektronenmikroskopie ist eine *direkte Sichtbarmachung* der Bausteine selbst, das heißt der *Moleküle und auch der Atome*. Als zweite große Teilaufgabe ergibt sich die Feststellung der räumlichen Zuordnung dieser Bausteine zueinander, das heißt die *Abbildung von Atom- und Molekülkomplexen*. Als drittes Hauptanwendungsgebiet des Elektronenmikroskopes im Rahmen physikalischer, chemischer und technischer Probleme ist die *Gestalts- und Oberflächenanalyse größerer Objekte* zu erwähnen. Die große Zahl der zu diesem Buchabschnitt gehörenden elektronenmikroskopischen Aufnahmen ist im Interesse übersichtlicher Einordnung nach diesen drei Anwendungsgebieten aufgeteilt worden.

### 1. Die Sichtbarmachung von Molekülen.

Mit Hilfe des Siemens-Übermikroskopes wurden Anfang 1939<sup>1</sup> Einzelstäbe von Tabakmosaikvirus photographisch aufgenommen, bei denen es sich wahrscheinlich um die sehr großen Moleküle des Tabakmosaikvirus handelt (Molekulargewicht etwa 48 bzw.  $24 \cdot 10^6$ ). Die erste Aufnahme wohldefinierter Moleküle gelang dem Verfasser mit dem oben eingehend beschriebenen Universal-

<sup>1</sup> KAUSCHE, G. A., E. PFANKUCH u. H. RUSKA: Die Sichtbarmachung von pflanzlichem Virus im Übermikroskop. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 292.

Elektronenmikroskop im Januar 1940<sup>1</sup>. Die in Abb. 268 wiedergegebene Aufnahme zeigt in regelloser Verteilung die *Moleküle von Hämözyanin*. Es handelt sich hier um das größte als Molekül allgemein anerkannte Protein (Molekulargewicht  $7 \cdot 10^6$ ). Schon aus Sedimentationsbestimmungen war bekannt, daß die Moleküle dieses kupferhaltigen blauen Blutfarbstoffes der Weinbergsschnecke annähernd kugelförmige Gestalt haben mußten. Das Bild bestätigt dies. — Ebenso wie bei den meisten später wiedergegebenen Aufnahmen

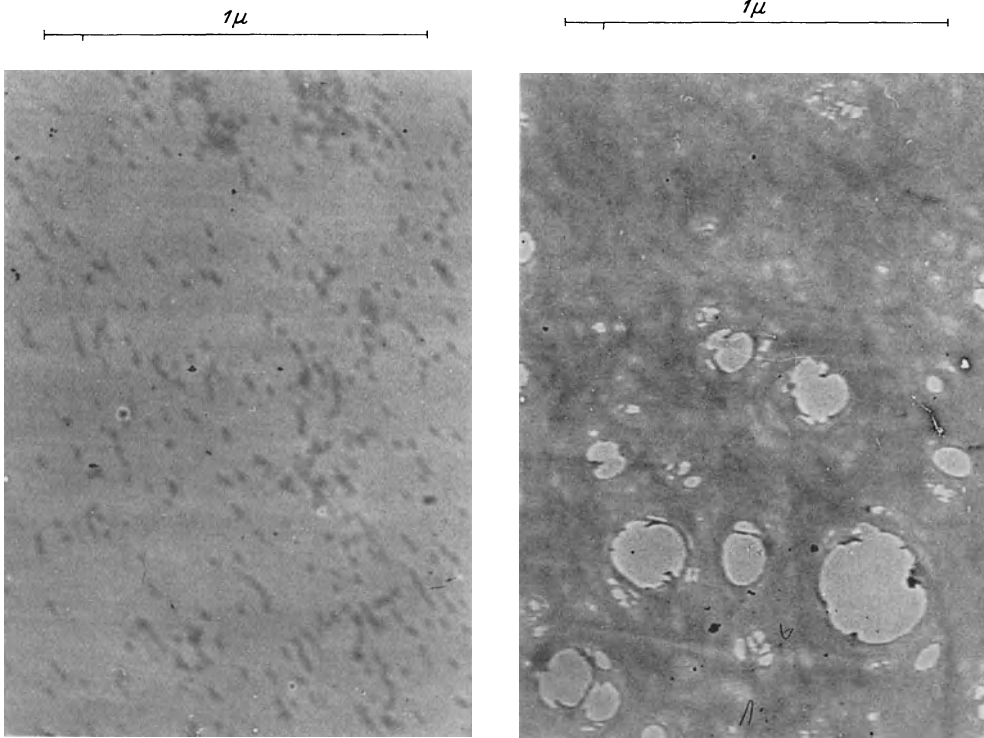


Abb. 268.

Abb. 268. Erste Aufnahme von Molekülen. Hämözyanin (Konzentration von  $10^{-7}$  g/cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O) auf Kollodiumhaut. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA-V. ARDENNE.)

Abb. 269.

Abb. 269. Annähernd monomolekulare Schicht von Hämözyanin, gleichfalls hergestellt durch Auftrocknung eines Tropfens auf der Tragfolie, jedoch bei einer Konzentration von  $10^{-5}$  g/cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA-V. ARDENNE.)

wird darauf verzichtet, den genauen Anteil der elektronenmikroskopischen Vergrößerung, sowie der photographischen Nachvergrößerung anzugeben, da die *Aufteilung* der Gesamtvergrößerung den Leser kaum interessieren dürfte. Wesentlich sind nur der *Wert* der *Gesamtvergrößerung* und das Auflösungsvermögen, das heißt Eigenschaften, die aus der in allen Abbildungen eingetragenen Objektstrecke von  $1 \mu$  bzw.  $0,1 \mu$ , sowie dem Bildinhalt unmittelbar hervorgehen. Durch einen Teilstrich auf der  $1 \mu$ -Strecke ist bei den meisten Aufnahmen auch  $\frac{1}{10} \mu$  markiert, um die Abschätzung der Teilchengrößen und des Auflösungsvermögens zu erleichtern. — Der in Abb. 268 erkennbare Moleküldurchmesser von etwa  $20 m\mu$  steht in guter Übereinstimmung mit den bisherigen theoretischen Auffassungen über die Abmessungen dieses Moleküles.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Ergebnisse einer neuen Elektronen-Übermikroskopanlage. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 8 S. 113.

Der geringe Bildkontrast erklärt sich daraus, daß hier einzelne Moleküle geringer Dichte auf einer Kollodiumfolie liegen, die etwa gleiche Dicke hat wie der Moleküldurchmesser. Sehr interessant ist, daß die Aufnahme Abb. 268 erst erhalten wurde, nachdem zuvor ein vergeblicher Versuch mit 100mal stärkerer Konzentration angestellt wurde. Das Ergebnis dieses Vorversuches zeigt

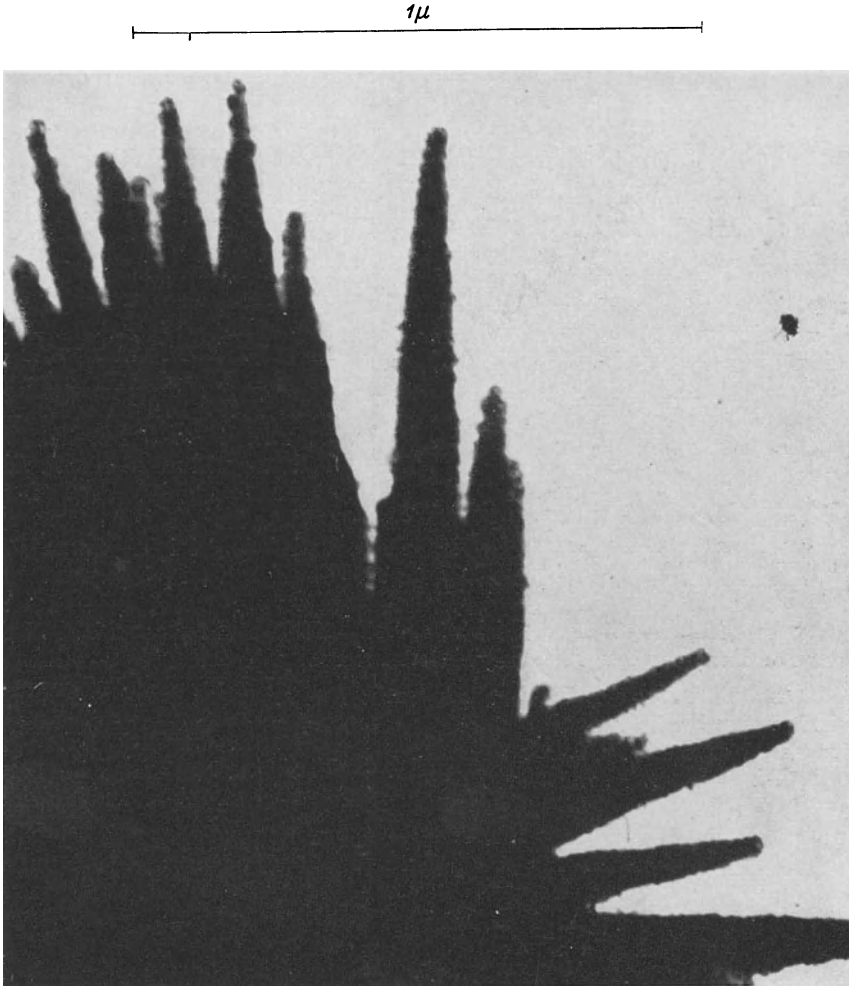


Abb. 270. Schellacknadeln mit kugelförmigen molekularen oder übermolekularen Bausteinen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Abb. 269. Hier liegt in weiten Bereichen auf der Trägerfolie eine *monomolekulare Hämözyaninschicht*, die nur an einigen Stellen aufgeplatzt ist. Hervorzuheben ist auf diesem Bilde, welches typisch für das Aussehen einer monomolekularen Eiweiß- oder Fettschicht im Elektronenmikroskop ist, daß sich hier die Einzelmoleküle noch nicht abzeichnen. Auffallend sind auch die starken Deformationen der Hämözyaninmoleküle an den Aufreißstellen der monomolekularen Schicht. Bei einem weiteren hier nicht gebrachten Versuch mit etwa 10mal stärkerer Konzentration fehlten diese Aufreißstellen, und die Fläche zeigte nur einen verschwommenen, wolkigen Eindruck.

Molekulare oder übermolekulare Bausteine von etwa 10  $\mu$  Durchmesser sind auf der Abb. 270, besonders in der Bildmitte, zu erkennen. Die

Aufnahme zeigt eine Durchstrahlung von Schellackpartikeln, bei denen vorher durch Alkohol selektiv einige leichter lösliche Bestandteile herausgeholt worden sind. Das übriggebliebene schwerer lösliche Skelett zeigt in den Randpartien die schon erwähnten kugeligen Gebilde.

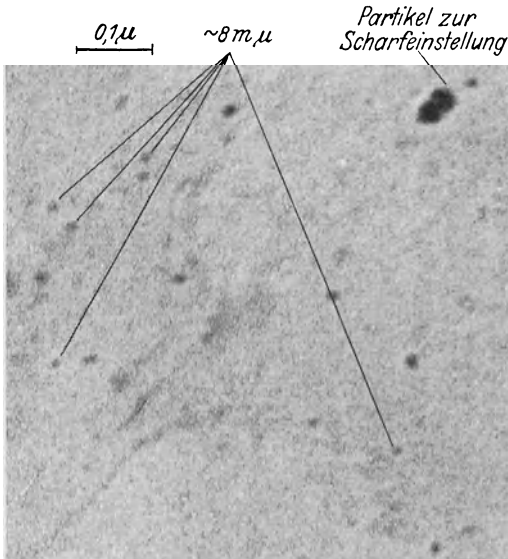


Abb. 271. Edestinmoleküle auf Kollodiumhaut (Substanzkonzentration im Tropfen  $10^{-8}$  g/cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O). (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

Moleküle von Edestin, einem Eiweiß, das aus Hanfsamen gewonnen wird, mit dem Molekulargewicht von  $3,1 \cdot 10^5$ , sind auf der Aufnahme Abb. 271 photographiert. Entsprechende Bilder wurden zur Kontrolle auch mit anderen Konzentrationen aufgenommen, wobei sich ergab, daß die mittlere Zahl der Moleküle sich ungefähr entsprechend der Konzentration änderte. Der Durchmesser der annähernd runden Edestinmoleküle beträgt nach den Aufnahmen etwa  $8 \text{ m}\mu$ . Daß die Teilchengröße auf diesem Bilde etwas schwankt, liegt daran, daß bei dem Präparierprozeß von einer Reinigung durch Ultrazentrifugieren abgesehen worden war.

Definierte Teilchen höherer Dichte, deren Durchmesser sehr viel kleiner sind als der Durchmesser der oben abgebildeten Hämocyandinmoleküle und Edestin-

←  $10 \text{ m}\mu$

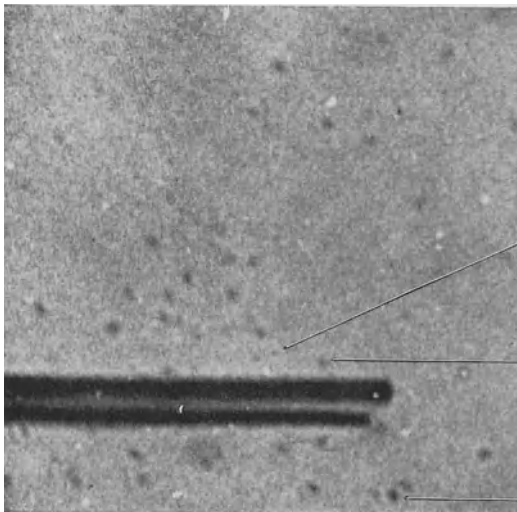


Abb. 272. Erste Sichtbarmachung von nur aus wenigen Atomen aufgebauten Teilchen (Molekülen) mit etwa  $1 \text{ m}\mu$  (10 AE) Durchmesser. (Aufnahme v. ARDENNE, Januar 1940.)

moleküle, sind auf der ebenfalls mit dem Universal-Elektronenmikroskop erhaltenen Abb. 272 zu sehen. Die Durchmesser der feinsten hier deutlich wahrnehmbaren Teilchen lassen sich zu  $1 \text{ m}\mu$  (10 AE) abschätzen. Auf diesem Bilde sind somit zum ersten Male Teilchen dem menschlichen Auge unmittelbar sichtbar geworden, die nur aus wenigen Atomen aufgebaut sein können, denn ihre Abmessungen liegen bereits in der Größe einfacher Moleküle. Wesentlichen Anteil an der scharfen Abbildung dieser feinsten Teilchen hat die oben beschriebene Vorrichtung zur Blendenzentrierung unter Vakuum. So erfolgte die Aufnahme Abb. 272 erst nach

Einstellung solcher Blendlagen, die bei Veränderung der Objektivbrennweite ein möglichst geringes Auswandern von Objektpunkten im Endbild ergaben.

Die zuletzt besprochenen Resultate berechtigen zu der Hoffnung, daß es im Laufe weiterer Entwicklung in naher Zukunft gelingt, auch einzelne Atome sichtbar zu machen. An anderer Stelle des Buches sind die elektronenoptischen Voraussetzungen für die Erreichung dieses Zieles besprochen worden. Hier interessiert uns die Frage, die für alle Beobachtungsmethoden von prinzipieller Bedeutung ist: Wie weit verändert die zur Beobachtung verwendete Sonde das zu analysierende Objekt? Bereits im Buchabschnitt D II ist die Wirkung des abbildenden Elektronenstrahles hinsichtlich Erwärmung und Ionisierung des Objektes ausführlich behandelt. Im folgenden soll kurz erörtert werden, ob bei dem Zusammenstoß der Strahlelektronen mit den Feinbausteinen der von ihnen getroffenen Materie eine merkbare Verlagerung derselben stattfinden kann. Die Größe dieser durch *Elektronenstoß verursachten Ortsänderung* wäre dann mit der *Teilchenverschiebung durch die BROWNSCHE Temperaturbewegung* zu vergleichen, die als andere grundsätzliche Grenze für die Abbildung kleinster Objekte maßgebend ist.

Die durch Elektronenstoß bewirkte Verlagerung der Teilchen ist unter folgenden sehr vereinfachenden Annahmen abgeschätzt worden:

1. Wir berücksichtigen nur völlig elastische Zusammenstöße zwischen Elektron (Masse  $m$ , Geschwindigkeit  $v$ ) mit einem ruhenden Teilchen (Masse  $M$ , Anfangsgeschwindigkeit nach dem Stoß  $V$ ). Von einer eventuellen Anregungsarbeit durch Elektronenstoß wird abgesehen.

2. Wir nehmen die Teilchen als kugelförmig an, so daß wir das STOKESsche Gesetz in seiner einfachen Form oder, falls der Radius  $a$  der Teilchen vergleichbar wird mit der mittleren freien Weglänge  $L$  der Moleküle der Substanz, in welche die Teilchen eingebettet sind, in der von CUNNINGHAM angegebenen erweiterten Form anwenden können.

3. Wir rechnen mit zentralem Stoß, trotzdem bei der gegebenen Sachlage nur die durch nichtzentrale Stöße verursachte Verschiebungskomponente in der Objektebene zu beobachten ist. Die beobachtete Verschiebung ist also stets kleiner als der hiernach berechnete Wert.

Nach dem elementaren Stoßgesetz wird unter diesen Annahmen

$$V = \frac{v \cdot m}{M}.$$

Unter Verwendung des STOKESchen Faktors für den Reibungswiderstand

$$b = 6 \pi \eta a$$

( $\eta$  Koeffizient der inneren Reibung,  $a$  Radius des Teilchens)

erhalten wir die Bestimmungsgleichung für die Verschiebungsstrecke  $x$ , die das Teilchen bis zur völligen Abbremsung zurücklegt:

$$\frac{M \cdot V^2}{2} = b \frac{V}{2} \cdot x$$

und somit

$$x = \frac{v m}{6 \pi \eta a}.$$

Für Teilchen, deren Radius  $a$  klein wird gegen die mittlere freie Weglänge  $L$  der Moleküle ist zu setzen

$$x = \frac{v \cdot m}{6 \pi \cdot \eta \cdot a} \left( 1 + C \frac{L}{a} \right).$$

Dabei ist  $C$  eine Konstante (für Luft als reibendes Medium etwa 0,82). Für 60 kV-Elektronen wird

$$x = \frac{7,0 \cdot 10^{-18}}{\eta \cdot a} \left( 1 + C \frac{L}{a} \right) \text{ mm.}$$



Diese Formel ist zur Berechnung einiger willkürlich ausgewählter Beispiele, die in der Tabelle I zusammengestellt sind, benutzt worden.

Tabelle I.

Partikel Art	Radius mm	Einbettungsmedium	Reibungskoeffizient	Bremsweg in mm
Kolloides Partikel	$10^{-6}$ <sup>1</sup>	Luft 0° C	$1,82 \cdot 10^{-4}$	$3,2 \cdot 10^{-5}$
Atom	$1,6 \cdot 10^{-7}$ <sup>1,2</sup>	Luft 0° C	$1,82 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$
Kolloides Partikel	$10^{-6}$	Wasser 15° C	$1,14 \cdot 10^{-2}$	$6,1 \cdot 10^{-9}$
Atom	$1,6 \cdot 10^{-7}$	Wasser 15° C	$1,14 \cdot 10^{-2}$	$4,0 \cdot 10^{-8}$
Kolloides Partikel	$10^{-6}$	Wasser 80° C	$3,5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-8}$
Atom	$1,6 \cdot 10^{-7}$	Wasser 80° C	$3,5 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^{-7}$
Kolloides Partikel	$10^{-6}$	Glyzerin 18° C	18,2	$3,8 \cdot 10^{-12}$
Atom	$1,6 \cdot 10^{-7}$	Glyzerin 18° C	18,2	$5 \cdot 10^{-11}$

Die Verschiebungen sind in der Tabelle zunächst nur für einen einzigen, und zwar zentralen Zusammenstoß berechnet worden. Zufällig gibt die Tabelle die in Wirklichkeit möglichen Verschiebungen ungefähr richtig wieder. Zwar muß gemäß Zahlenangaben des Buchabschnittes D II 2 ein Objektausschnitt von z. B.  $10^{-7} \cdot 10^{-7}$  mm von mindestens 6000 Elektronen durchstrahlt werden, damit bei einem angenommenen Auflösungsvermögen von  $10^{-7}$  mm eine ausreichende Plattenschwärzung eintritt. Doch ist die Wahrscheinlichkeit des Zustandekommens annähernd zentraler Stöße, wie auch der Wert des Absorptionskoeffizienten für die hier benutzten Voltgeschwindigkeiten zeigt, so klein, daß von 6000 Strahlelektronen nur größenordnungsmäßig 1 Elektron wirksam wird.

Wir sehen, daß nur in den ersten beiden Fällen der Tabelle I, die jedoch für die elektronenmikroskopische Betrachtung ohne Bedeutung sind, die durch den Elektronenstoß bewirkten Verschiebungen die Auflösungsgrenze des Elektronenmikroskopes überschreiten.

Eine wesentlich stärkere Ortsveränderung der Teilchen bewirkt jedoch unter den herrschenden Versuchsbedingungen die BROWNSCHE Bewegung. Die mittleren Verschiebungen sollen für eine Beobachtungsdauer von 1 s, entsprechend der ungefähren Expositionsdauer berechnet werden. Bekanntlich ist die mittlere Verschiebung  $x$  in der Zeit  $t$  gegeben durch die Formel

$$x = \sqrt{t} \sqrt{\frac{RT}{N} \frac{2}{6\pi\eta a}}$$

Darin bedeutet  $R$  die Gaskonstante pro Mol,  $N$  die Zahl der Atome im Gramm-atom,  $\eta$  den Koeffizienten der inneren Reibung und  $a$  den Radius der Partikel. In der folgenden Tabelle II sind die mittleren Verschiebungen für ähnliche Beispiele wie in Tabelle I berechnet.

Tabelle II.

Teilchen Art	Einbettungsmedium	Reibungskoeffizient	Mittlere Verschiebung in mm
Kolloides Partikel	Luft 0° C	$1,82 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-1}$
Atom	Luft 0° C	$1,82 \cdot 10^{-4}$	$3,7 \cdot 10^{-1}$
Kolloides Partikel	Wasser 80° C	$3,5 \cdot 10^{-3}$	$3,8 \cdot 10^{-2}$
Atom	Wasser 80° C	$3,5 \cdot 10^{-3}$	$0,97 \cdot 10^{-1}$
Kolloides Partikel	Glyzerin 18° C	18,2	$4,8 \cdot 10^{-4}$
Atom	Glyzerin 18° C	18,2	$1,2 \cdot 10^{-3}$

<sup>1</sup> Der Radius  $a$  ist hier klein gegen die mittlere freie Weglänge  $L = 1 \cdot 10^{-4}$  mm. Daher ist der CUNNINGHAMSche Faktor anzubringen.

<sup>2</sup> Der Radius  $a$  der Wirkungssphäre (für Hg angegeben) wurde: NERNST, Theoretische Chemie, 11.—15. Aufl., S. 517, Stuttgart 1926, entnommen.

Wie man sieht, überschreiten die BROWNSchen Bewegungen in allen Fällen die vorhin berechneten Bremswege um Größenordnungen. Das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes läßt sich bei gasförmigen und flüssigen Medien sowie der angenommenen Expositionszeit infolge der BROWNSchen Bewegung keinesfalls ausnutzen. Hingegen ergeben sich für den festen Aggregatzustand, der bei Lagerung von Atomen auf Objektträgerfolien wohl nahezu als gegeben angesehen werden kann, auch bei einem auf  $10^{-7}$  mm gesteigerten Auflösungsvermögen günstige Beobachtungsbedingungen, wie folgende Überschlagsrechnung zeigt:

Wenn wir einen festen Körper erwärmen, so führen die Atome bekanntlich Schwingungen um ihre Gleichgewichtslagen aus, deren Amplitude eine Funktion der Temperatur und gewisser Materialeigenschaften ist. Für die mittlere Energie eines Atoms erhalten wir

$$m u^2 = 4 \pi^2 \cdot r^2 \cdot \nu^2.$$

Unter Berücksichtigung quantentheoretischer Überlegungen wird

$$m u^2 = 3 \frac{R}{N} \left( \frac{\beta \nu}{e^T - 1} \right).$$

$r$  bedeutet dabei den Radius der Schwingungen (Amplitude).

$$\beta = \frac{h}{\left( \frac{R}{N} \right)} = 4,865 \cdot 10^{-11}.$$

Hieraus ergibt sich:

$$r = \frac{\sqrt{3}}{2\pi} \cdot \sqrt{\frac{R}{N}} \cdot \left( \frac{\beta \nu}{e^T - 1} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \frac{1}{\sqrt{m}} \cdot \frac{1}{\nu}.$$

Die Schwingungszahl  $\nu$  läßt sich z. B. aus der spezifischen Wärme ermitteln. Beispielsweise wird für Silber ( $\nu = 4,4 \cdot 10^{12}$ ,  $T = 353^\circ$  abs)

$$r \approx 10^{-8} \text{ mm.}$$

Die Wärmebewegung hat also bei den angegebenen Temperaturen und festen Körpern keinen wesentlichen Einfluß auf die Erkennbarkeit atomarer Objekte mit Hilfe des Elektronenmikroskopes.

## 2. Die Sichtbarmachung von Atom- und Molekülkomplexen.

Die *Bestimmung von Form und Größe der Teilchen* ist schon bei der Abbildung von Molekülen, insbesondere größeren Molekülen, als wichtige Forschungsaufgabe zu nennen. Hierzu kommt bei der Sichtbarmachung von Atom- und Molekülkomplexen vielfach die Ermittlung der statistischen Verteilung der Teilchengrößen und Teilchenformen hinzu. Auch für diese erweiterte Aufgabenstellung leistet die elektronenmikroskopische Methode hervorragende Dienste. So besitzt beispielsweise das *Gesichtsfeld* des oben beschriebenen Universal-Elektronenmikroskopes bei Einstellung auf höchstes Auflösungsvermögen und bei Anwendung von Schumann-Platten eine im Verhältnis zum Auflösungsvermögen (richtiger zur Fläche des diesem zugeordneten kleinsten Objektelementes) 25mal größere Fläche als das Gesichtsfeld eines normalen Lichtmikroskopes bei Zurichtung auf höchstes Auflösungsvermögen. Mit dem vorerwähnten Beispiel ist keineswegs die Grenze bei der Bemessung des Gesichtsfeldes erreicht. In diesem Zusammenhang sei auf folgende wichtige Tatsachen verwiesen. Während, wie schon im Buchabschnitt J I erwähnt, bei Hellfeld das Gesichtsfeld etwa den gleichen Durchmesser hat wie die Aperturblende des Objektivs,

besteht bei *Dunkelfeld* die Möglichkeit, auch bei Anwendung kleiner, hohes Auflösungsvermögen vermittelnder Aperturblenden *Elektronenbilder mit Gesichtsfeldern von bisher nicht gekannter Größe aufzunehmen*. Mit Dunkelfeldbetrieb gelingt es ohne weiteres, bei dem Mikroskopauflösungsvermögen angepaßter elektronenoptischer Vergrößerung z. B.  $9 \times 12$  cm Schumannplatten gleichmäßig zu belichten. Da die Schumannschichten infolge ihres hohen Auflösungsvermögens eine 10fache optische Nachvergrößerung vertragen, sind auf diesem Wege *Bilder mit 1 m<sup>2</sup> Fläche* zu erhalten, wobei die Bildschärfe die gleiche ist (Bildelement-Durchmesser = 0,1 mm), wie bei üblichen photographischen Aufnahmen. Die Gesamtbildelementzahl würde in diesem Beispiel  $10^8$  Bildelemente betragen, und das Gesichtsfeld auf dem Objekt hätte für 10000fache elektronenoptische Vergrößerung, die ausreicht, um die Einzelheiten bei Auflösungsvermögen bis zu  $10^{-6}$  mm sauber zu erfassen, den Wert  $10 \mu$ . Grundsätzlich sind sogar noch größere Plattenformate, die dann allerdings umfangreiche Kamerakonstruktionen erfordern, und entsprechend Bildflächen von vielen Quadratmetern möglich. Infolge des großen Gesichtsfeldes lassen sich u. a. mit Hilfe des Elektronenmikroskopes durch Auszählung der Teilchen bestimmter Größe und Form außerordentlich genaue *Kurven der statistischen Verteilung von Teilchengröße* und *Tabellen über die Verteilung von Teilchenform* gewinnen.

Eine weitere bei der Erforschung von Atom- und Molekülkomplexen immer wiederkehrende Aufgabe ist die *Ermittlung der räumlichen Zuordnung der Teilchen* zueinander und zu Fremdpartikeln. Durch Anwendung der vom Verfasser entwickelten Stereo-Übermikroskope lassen sich, wie im Buchabschnitt N gezeigt wurde, auf einfache Weise Raumbilder gewinnen und aus ihnen die wahre räumliche Anordnung der Teilchen ermitteln.

Für die Sichtbarmachung von Atom- und Molekülkomplexen sollen im Rahmen dieses Abschnittes nur einige Beispiele, die schon heute größeres Interesse gefunden haben, besprochen werden. Bei diesen Beispielen handelt es sich um Objekte, deren Größen von den Abmessungen weniger Moleküle bis zu den Abmessungen lichtmikroskopisch sichtbarer Partikeln reichen. Zu den herausgegriffenen Beispielen werden schon in nächster Zukunft sich immer neue Anwendungen hinzugesellen. Dieser Buchabschnitt kann daher nicht dazu dienen, um einen möglichst umfassenden Überblick über Anwendungen zu geben, sondern hat ebenso wie auch die noch folgenden Buchkapitel die Aufgabe, das Leistungsvermögen der elektronenmikroskopischen Methode unter möglichst verschiedenen praktischen Verhältnissen zu charakterisieren. Aus diesem Grunde wird in den meisten Fällen auch auf eine ausführliche *Mit-erwähnung der Herstellungsrezepte* der Objekte verzichtet. Der speziell interessierte Leser kann diese *Rezepté* in den zitierten einschlägigen Arbeiten nachlesen. In diesem Zusammenhang sei ausdrücklich betont, daß es für systematische Untersuchungen an Objekten dringend notwendig erscheint, ausführliche Herstellungsrezepte mit zu veröffentlichen. In vielen Fällen wird erst durch die Bekanntgabe des Herstellungsweges das Objekt wohl definiert und reproduzierbar. Wesentliche Teile der zunächst gegebenen allgemeinen Richtlinien gelten auch für die im letzten Buchabschnitt besprochenen Anwendungen auf biologischem und medizinischem Gebiet.

Die im folgenden besprochenen Beispiele aus Physik, Chemie und Technik sind, um Wiederholungen zu vermeiden, nicht nach diesen Gebieten, sondern nach Objekteigenschaften geordnet.

Der erste umfassendere Einsatz des Elektronenmikroskopes mit wissenschaftlicher Zielsetzung erfolgte in der Kolloidchemie<sup>1</sup>. Dieser Zweig der Natur-

<sup>1</sup> BEISCHER, D. u. F. KRAUSE: Das Elektronenmikroskop als Hilfsmittel der Kolloidforschung. Naturwiss. Bd. 25 (1937) Heft 51 S. 825.

wissenschaften umfaßt definitionsgemäß unser Wissen über die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Materieaggregaten, die mindestens in einer Richtung Abmessungen zwischen  $1\text{ m}\mu$  und  $0,5\ \mu$  besitzen. Die meisten Eigenschaften kolloider Systeme hängen stark von Größe und Gestalt der Aggregate ab, so daß deren Bestimmung fast immer eine Voraussetzung jeder Arbeit mit diesen Systemen ist. Die Mehrzahl der nun besprochenen speziellen Beispiele entstammt der Kolloidchemie. So werden wir auf den meisten, dem erwähnten Gebiet zugeordneten Abbildungen kolloide Teilchen mit annähernd kugelförmiger, fadenförmiger oder plättchenförmiger Gestalt wiederfinden.

#### a) Korpuskulare Metallkolloide.

Das erste elektronenmikroskopische Bild<sup>1</sup> eines *korpuskularen Metallkolloides* zeigt Abb. 273. Ein weiteres mit wesentlich höherer Auflösung gewonnenes Bild<sup>2</sup> eines Metallkolloides, das ebenfalls zu den ersten übermikroskopischen Aufnahmen gehört, ist in Abb. 274 wiedergegeben. Dieses Präparat wurde durch Auftrocknen eines wäßrigen Metallsoles auf einer Kollodiumfolie erhalten. Der im Bilde links umrandete Ausschnitt ist rechts vergrößert reproduziert.

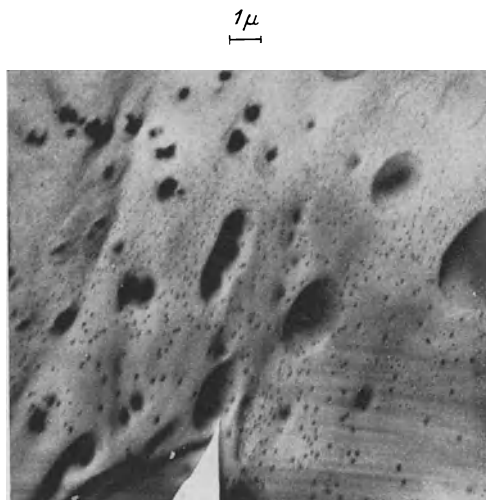


Abb. 273. Das erste übermikroskopische Bild eines Metallkolloides, kolloidales Gold auf Gelatinefilm. (Aufnahme BEISCHER-KRAUSE 1937.)

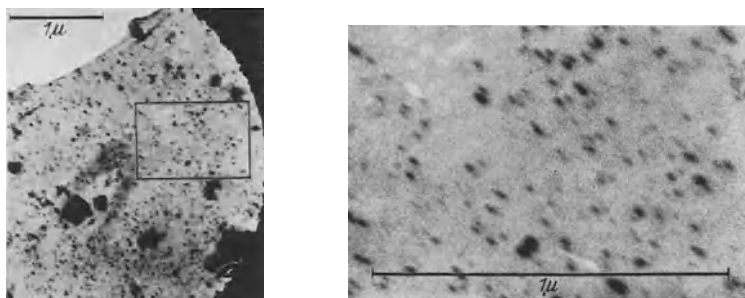


Abb. 274. Eines der ersten elektronenmikroskopischen Bilder kolloider Partikel, kolloidales Silber auf Kollodiumhaut. (Aufnahme Siemens, Februar 1938.)

Ein mit dem Universal-Elektronenmikroskop in neuerer Zeit gewonnenes Bild von kolloidalem Silber bringt Abb. 275. Auf dieser Aufnahme zeichnet sich bereits die kristalline Struktur der Teilchen deutlich ab. Besonders bei den größeren Partikeln ist deutlich die Form von Sechsecken und Achtecken zu erkennen. Nur die kleineren Teilchen erscheinen rund. Die Betrachtung dieser

<sup>1</sup> BEISCHER, D. u. F. KRAUSE: Das Elektronenmikroskop in der Kolloidchemie. Z. angew. Chem. Bd. 51 (1938) S. 331.

<sup>2</sup> Aus B. V. BORRIES u. E. RUSKA: Vorläufige Mitteilung über Fortschritte im Bau und in der Leistung des Übermikroskopes. Wiss. Veröff. Siemens-Werk Bd. 17 (1938) Heft 1 S. 99.

Aufnahme führt zu der Frage nach dem *Zusammenhang zwischen Auflösungsvermögen* eines Elektronenmikroskopes und der *Gestalterkennbarkeit von Vielecken*.

Eine ausführlichere Untersuchung zu diesem Thema findet sich in der neueren Literatur<sup>1</sup>. Diese Untersuchung geht von der bekannten Tatsache aus, daß als Folge der Abbildungsfehler die Ecken scharfkantiger Körper im Bilde

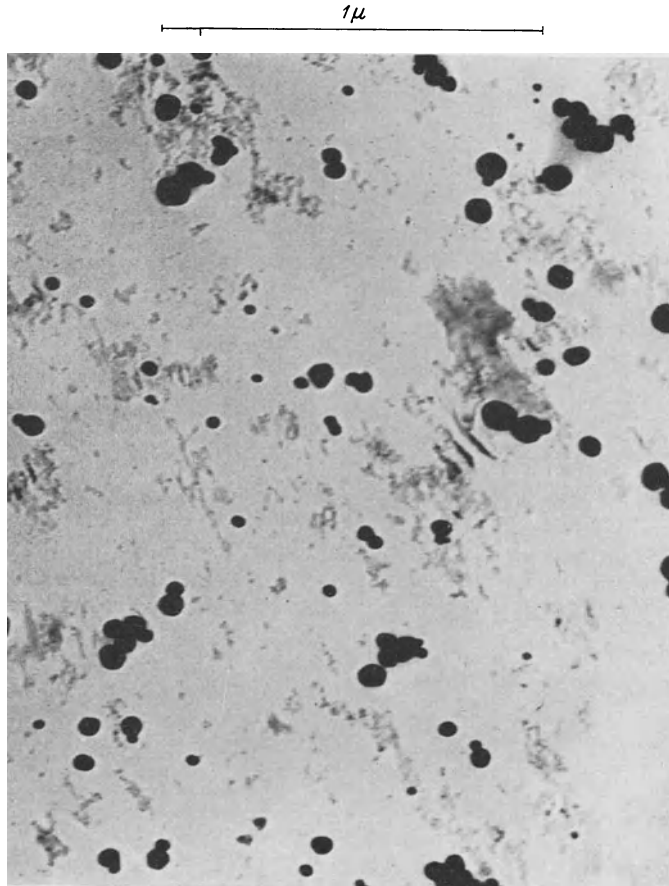


Abb. 275. Kolloidales Silber. (Aufnahme v. ARDENNE.)

abgerundet erscheinen. Bei einem bestimmten Auflösungsvermögen  $d$ , entsprechend einem Zerstreungskreisdurchmesser von  $2d$ , tritt, wie schon im Buchabschnitt M II dargelegt wurde, bei der Abbildung ideal scharfer Kanten eine Verwaschung in einer Breite von  $2d$  ein. Für die Bildbetrachtung kann als Umrißbegrenzung die Linie halber Schwärzung zugrunde gelegt werden. An den Ecken nähert sich diese Linie einem Kreisbogen, der bei der Abbildung von Vielecken die Kanten im Abstand  $d$  vom Kantenschnittpunkt tangiert. Für die Erkennbarkeit eines Vieleckes geben die zitierten Autoren als Bedingung an, daß der in der Abbildung geradlinig verlaufende Teil gleich der Länge der Sehne des Abrundungsbogens sein soll. Mit Hilfe dieser Definition läßt sich ein

<sup>1</sup> BORRIES, B. v. u. G. A. KAUSCHE: Übermikroskopische Bestimmung der Form und Größenverteilung von Goldkolloiden. Kolloid-Z. Bd. 90 (1940) Heft 2 S. 132.

Vergleich der Erkennbarkeit von Vielecken verschiedener Eckenzahl für ein bestimmtes Auflösungsvermögen durchführen. Die Kurve Abb. 276 gibt den Zusammenhang zwischen Eckenzahl des Vieleckes, Auflösungsvermögen des Mikroskopes und für die Eckenerkennbarkeit erforderlichen Teilchengröße an. Beispielsweise ergibt sich, daß Sechsecke noch erkennbar sind, wenn das Verhältnis von Teilchendurchmesser zu Auflösungsvermögen etwa 7 ist, während dieses Verhältnis für ein Zwölfeck etwa 15 beträgt. Je weniger charakteristisch also die Form eines Teilchens ist, um so größer muß es sein, wenn seine Form noch erkannt werden soll. Zur Veranschaulichung der Größenverhältnisse verschiedener Vielecke gleicher Erkennbarkeit dient die Zeichnung Abb. 277.

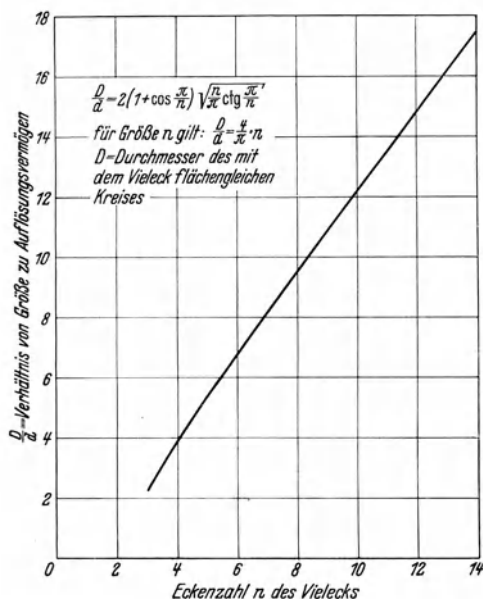


Abb. 276. Erkennbarkeitsgrenze  $D$  regelmäßiger Vielecke im Verhältnis zum Auflösungsvermögen  $d$  für verschiedene Eckenzahlen  $n$ . (Nach B. V. BORRIES und G. H. KAUSCHE.)

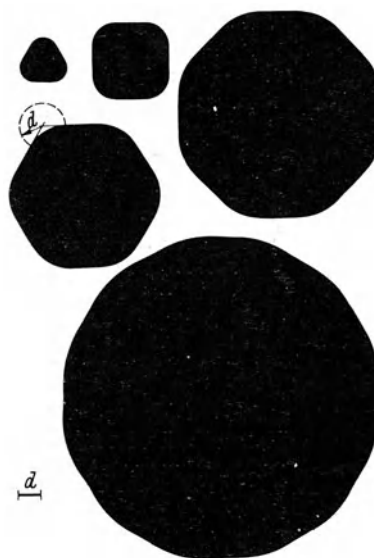


Abb. 277. Bilder verschiedener Vielecke gleicher Erkennbarkeit (gemäß Definition) bei gleichem Auflösungsvermögen  $d$ .

Schon im Buchabschnitt M II wurde dargelegt, daß hochdisperse Metallkolloide auf dünn hergestellten Folien besonders geeignet sind, um das Auflösungsvermögen von Elektronenmikroskopen aus dem Schwerpunktsabstand noch getrennt wahrnehmbarer kleinster Teilchen zu ermitteln. Die im Bilde sichtbare Kolloidkonzentration sollte bei Aufnahmen mit dieser Zielsetzung mindestens die in Abb. 278 erkennbare Größe haben. Auch zur Beurteilung der optischen Eigenschaften, insbesondere der Abbildungsfehler (Astigmatismus usw.) ist ein Testobjekt nach Art der Abb. 278 vorzüglich geeignet. In solchen Fällen empfiehlt es sich, einen geeigneten Ausschnitt aus dem Gesichtsfeld stark optisch nachzuvergrößern, um die Gestalt der kleinsten Teilchen auf der Abbildung deutlich sehen zu können. Ein mit insgesamt 350000facher Vergrößerung erhaltenes Bild, das zur ersten Bestimmung des Auflösungsvermögens des Universal-Elektronenmikroskopes gedient hat, zeigt Abb. 279.

Eine ältere Aufnahme von *kolloiden Aggregaten* vermittelt Abb. 280 in zwei verschiedenen Vergrößerungsstufen. Das weitere Bild Abb. 281 gibt Aggregate von kolloidalem Gold wieder, die mit Bariumchlorid koaguliert wurden. Offenbar hat hier eine Rekristallisation stattgefunden, da ursprünglich kleinere Teilchen gegeben waren. Die auf diesem Bilde sichtbare Aneinanderlagerung der Teilchen

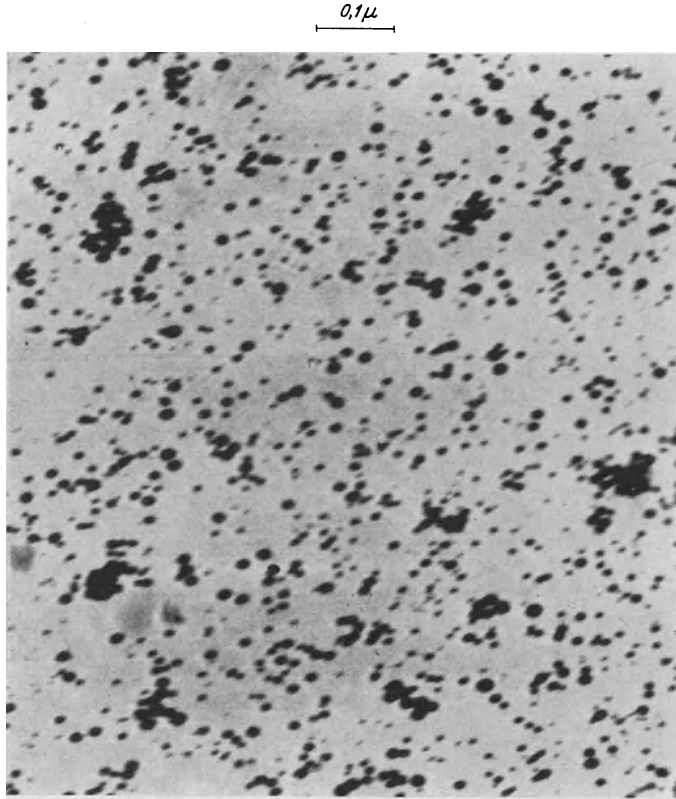


Abb. 278. Hochdisperses kolloidales Gold auf Kollodiumfolie, hergestellt bei etwas dezentrierter Objektivblende. (Aufnahme v. ARDENNE.)

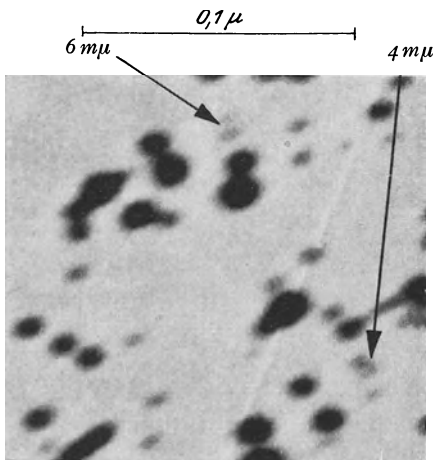


Abb. 279. Vergrößerter Ausschnitt einer Aufnahme von hochdisperssem Goldkolloid zur Bestimmung des Auflösungsvermögens. Vergrößerung 350000fach. (Aufnahme v. ARDENNE.)

ist recht charakteristisch für den Aggregationsprozeß. Abb. 281 kann jedoch nur als ein Momentbild des Aggregationsprozesses angesehen werden. Zur gründlichen übermikroskopischen Erfassung von Aggregationsprozessen sind größere Aufnahmereihen notwendig und auch durchgeführt worden. Die Bilder mögen genügen, um die außerordentliche Überlegenheit der elektronenmikroskopischen Methode gegenüber den bekannten ultramikroskopischen Verfahren zu veranschaulichen.

Zur Verhinderung unerwünschter Aggregationen, wie überhaupt zur Änderung spezieller Eigenschaften der Sole ist es üblich, die *kolloidalen Teilchen mit Schutzkolloiden* zu umgeben. Das mit 75 000facher Vergrößerung gewonnene Elektronenbild eines nach PAAL (also mit Schutzkolloid) hergestellten Platin-

katalysators bringt Abb. 282. Die Aufnahme läßt nicht nur die Teilchengröße mit etwa 3 bis 10  $\mu$ . (im Mittel 5  $\mu$ .) erkennen, sondern zeigt sehr schön

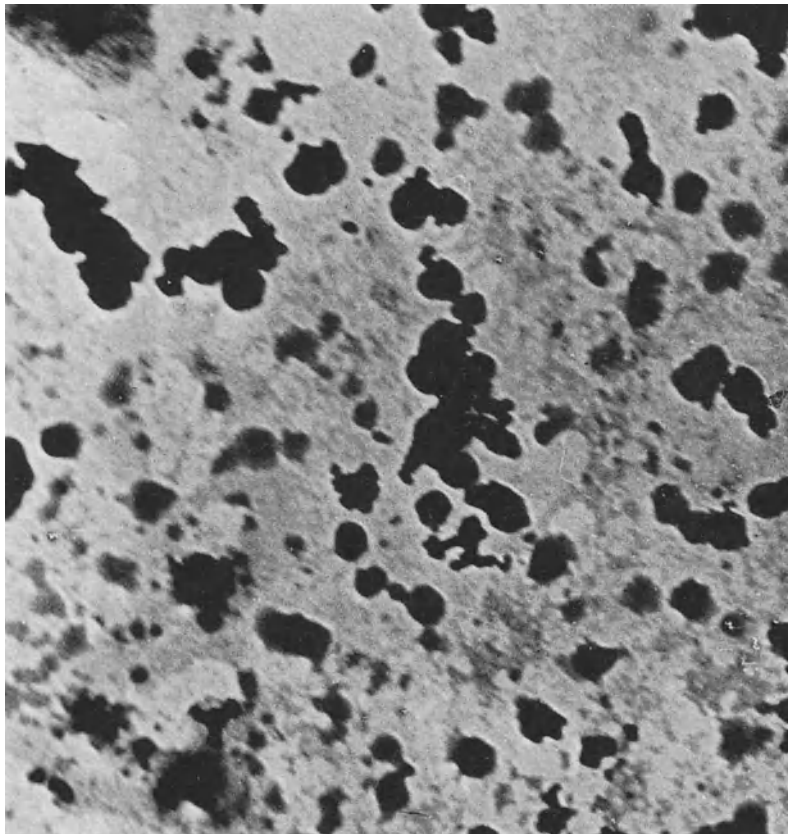
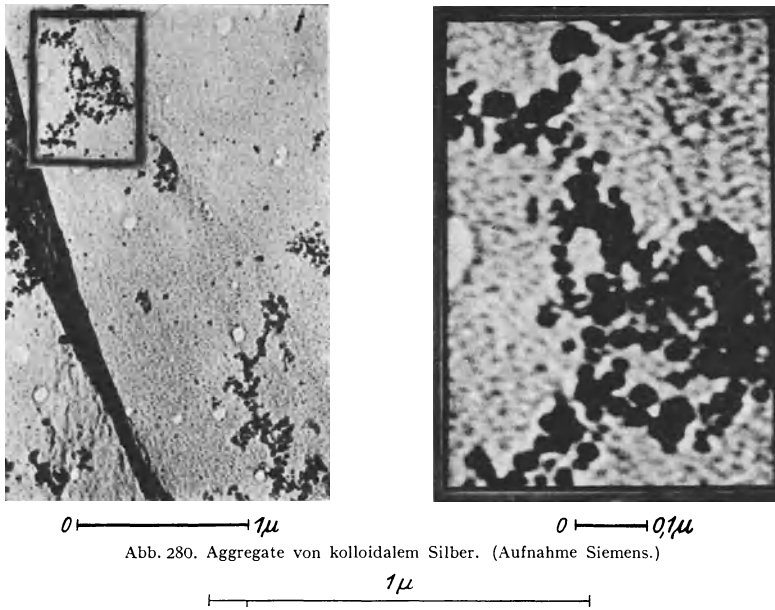


Abb. 281. Aggregate von kolloidalem Gold, die mit Bariumchlorid koaguliert wurden.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)



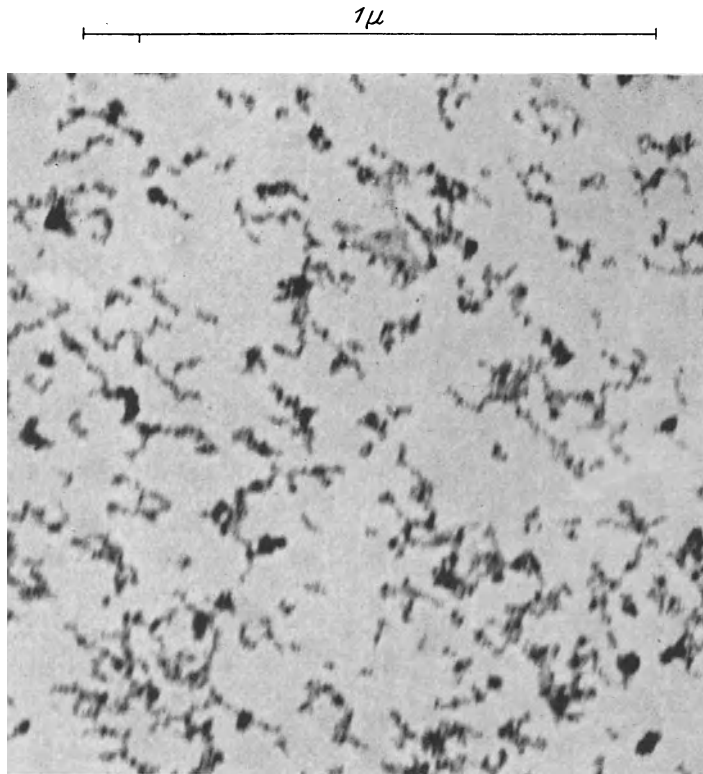


Abb. 282. Kolloider Platinkatalysator nach PAAL mit durch die Wirkung des Schutzkolloides bedingter fadenförmiger Aneinanderreihung der 3—10  $\mu$  großen Einzelteilchen. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

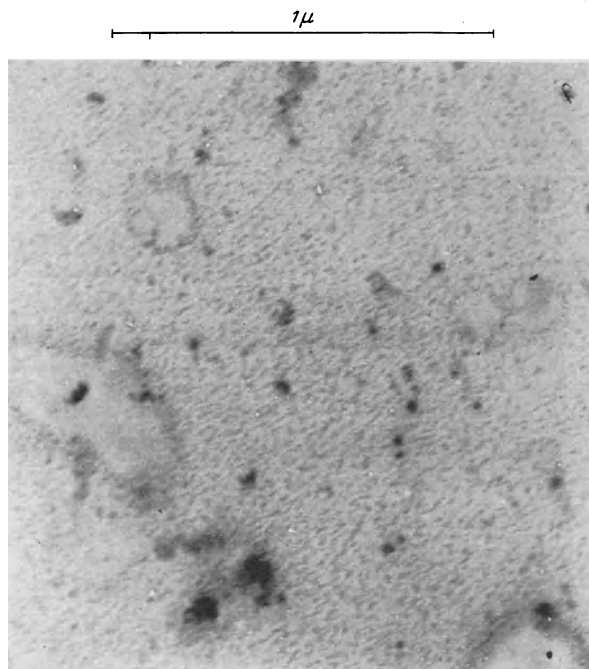


Abb. 283. Kolloider Platinkatalysator nach SKITA mit durch das Schutzkolloid bewirkter unscharfer Abbildung der Teilchengrenzen. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

eine bisher unbekannte fadenförmige Aneinanderreihung der Einzelteilchen. Diese Kettenbildung ist offenbar durch die Wirkung des Schutzkolloides bedingt. Das Rezept für die Herstellung dieses Objektes, sowie auch des im folgenden Bild aufgenommenen Objektes findet sich im Rahmen einer eingehenderen Mitteilung<sup>1</sup>. Wie bei den meisten Elektronenbildern dieses Buches bildet auch die Photographie Abb. 282 nur einen kleinen Ausschnitt aus dem Gesichtsfeld des Originalbildes. Die Fläche des Originalbildes ist etwa 8mal so groß wie der hier wiedergegebene Ausschnitt.

Ein weiterer *kolloider Katalysator* liegt der Abb. 283 zugrunde. Die Teilchengröße ist hier im Mittel etwa 25  $\mu$ . Hervorzuheben ist bei dieser mit guter Schärfe durchgeführten Aufnahme, daß die unscharfe Begrenzung der einzelnen Teilchen allein durch das Schutzkolloid bedingt ist. Das letztere umhüllt die Teilchen und bewirkt, da es selbst bereits eine merkliche Elektronenstreuung verursacht, einen stetigen Kontrastübergang an den Teilchengrenzen. Die hochdispersen Einzelteilchen des Schutzkolloides (Größe etwa 10  $\mu$ ) sind als körniger, auf der Trägerfolie liegender Untergrund sichtbar.

Wie eine Arbeit von KAUSCHE und RUSKA<sup>2</sup> zeigt, ist die elektronenmikroskopische Methode auch gut geeignet, um den Ablauf der gegenseitigen Einwirkung von zwei Substanzen in kolloider Aufteilung bildmäßig zu offenbaren. Im Rahmen weiterer Durchforschung der Anlagerung kolloider Teilchen dürfte es sogar gelingen, Aussagen über den Ort elektrischer Ladungen zu gewinnen; denn die zunächst frei beweglichen kolloiden Teilchen lagern sich dort an, wo die stärksten Felder sind, beispielsweise an dem Ende länglicher Eiweißmoleküle.

#### b) Staube und Rauche.

Bei der Gewinnung der Metalle und ihrer thermischen und mechanischen Verarbeitung treten häufig Ausgangssubstanzen und Reaktionsprodukte in fein verteilterm Zustande auf. Zur Erreichung einer guten Reaktionsfähigkeit wird, besonders bei der Gewinnung von Metallen aus armen Erzen, das Ausgangsmaterial fein vermahlen zum Einsatz gebracht. In manchen Fällen, wie z. B. bei der Herstellung von Zink, entsteht andererseits das Reaktionsprodukt in staubförmigem Zustande und muß aus diesem zur Abscheidung gebracht werden. Teilweise werden auch bei der Verhüttung der Metalle große Mengen Metallrauch mit den Abgasen mitgeführt und müssen aus Gründen der wirtschaftlichen Gestaltung der Verfahren aus denselben abgeschieden werden. Bei allen diesen Beispielen erleichtert die Kenntnis von Größe und Form der Teilchen eine optimale Führung der Prozesse. Auch die bei der mechanischen und thermischen Weiterverarbeitung der Metalle auftretenden staubförmigen Bestandteile beanspruchen ein großes Interesse, da sie meist gesundheitsschädigende Wirkungen haben. Wenn Metall- und Metalloxydteilchen mit der Atemluft eingeatmet werden, so bleiben größere Teilchen meist in den oberen Atemwegen hängen, während die feineren Teilchen bis in die Lungen vordringen und dort resorbiert werden. Es üben daher gerade die feinsten Teilchen die größte schädigende Wirkung aus. Soweit die Atemluft durch Filter gereinigt wird, sind ebenfalls die kleinsten Partikel von besonderer Bedeutung, da sie von den Filtern schlechter zurückgehalten werden als großteilige Schwebestoffe. — Ähnliche Gesichtspunkte, wie sie hier für staubförmige Metalle und Metalloxyde geäußert werden, treten auch bei der Abscheidung von gesundheitsschädigen nichtmetallischen Stauben, z. B. Asbest und Quarz (Silikose) auf.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. V. u. D. BEISCHER: Untersuchungen von Katalysatoren mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Z. angew. Chem. Bd. 53 (1940) Heft 9/10 S. 103.

<sup>2</sup> KAUSCHE, G. A. u. H. RUSKA: Die Sichtbarmachung der Adsorption von Metallkolloiden an Eiweißkörper. Kolloid-Z. Bd. 89 (1939) Heft 1 S. 21.

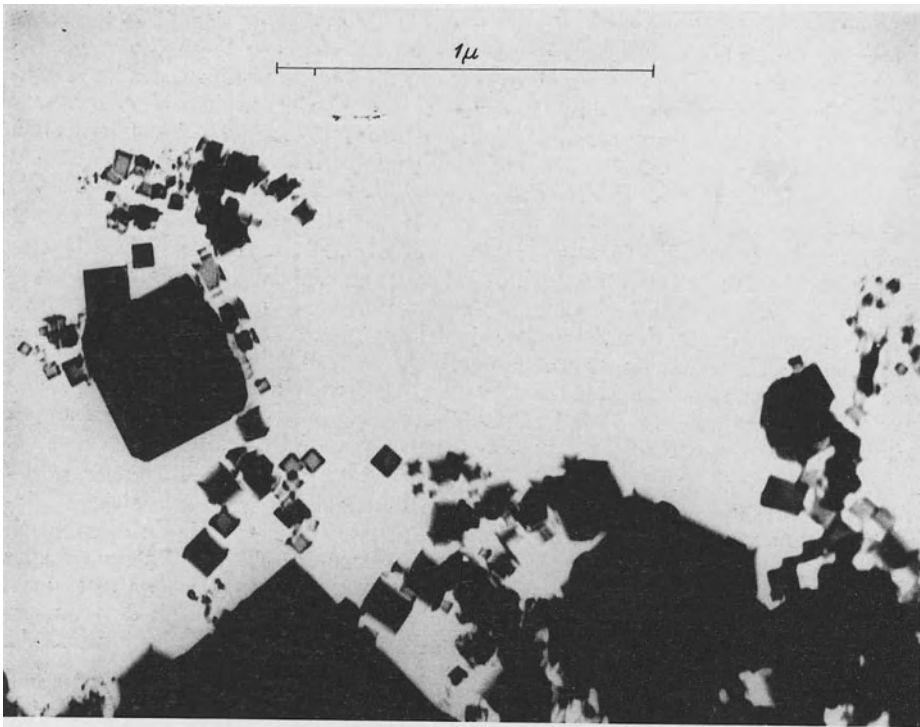


Abb. 284. Frischer Magnesiumoxydrauch. Die Kristalle sind ohne Trägerfolie am Rand des Objektträgers aufgefangen. Ein Teil der Kristalle ist scheinbar frei schwebend im Raume festgehalten. (Aufnahme v. ARDENNE.)

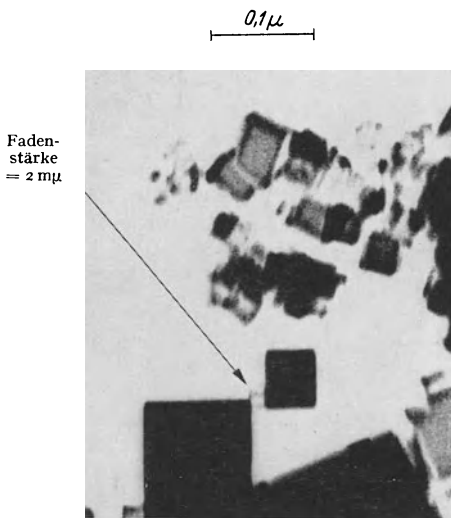


Abb. 285. Ausschnitt aus dem vorausgehenden Bilde. Durch diese 135000fach vergrößernde Aufnahme gelang die Feststellung, daß zwischen den Ecken der Magnesiumoxydkristalle feine, nur etwa  $2 \text{ m}\mu$  starke, Molekülketten überraschend hoher Festigkeit verlaufen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Die wissenschaftliche Untersuchung dieser feinsten Staube wurde in den letzten Jahren als Zweiggebiet der Kolloidforschung sehr gefördert<sup>1</sup>. Man war bisher bei der Bestimmung der Größe der Schwebstoffteilchen auf Messungen mit dem Mikroskop und dem Ultramikroskop angewiesen. Die mikroskopische Ausmessung der Dimensionen ist durch das auf etwa  $0,2 \mu$  begrenzte Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes nur bedingt anwendbar. Andererseits liefern Teilchengrößenbestimmungen mit Hilfe des Ultramikroskopes aus der Teilchenzahl und der Gesamtkonzentration nur Mittelwerte. Auch Aussagen über die Gestalt der Teilchen können mit Hilfe des Ultramikroskopes nur in seltenen Fällen gegeben werden. Das Elektronenmikroskop ist daher schon frühzeitig zur Abbildung von Stauben und Rauchen herangezogen worden<sup>2</sup>. Eine weitere mit Hilfe des Siemens-Über-

<sup>1</sup> WINKEL, A. u. G. JANDER: Schwebstoffe in Gasen. Stuttgart 1934.

<sup>2</sup> BEISCHER, D.: Bestimmung der Kristallitgröße in Metall- und Metalloxydrauchen aus Röntgen- und Elektronenbeugungsdiagrammen und aus Elektronenmikroskopbildern. Z. Elektrochem. Bd. 44 (1938) S. 375.

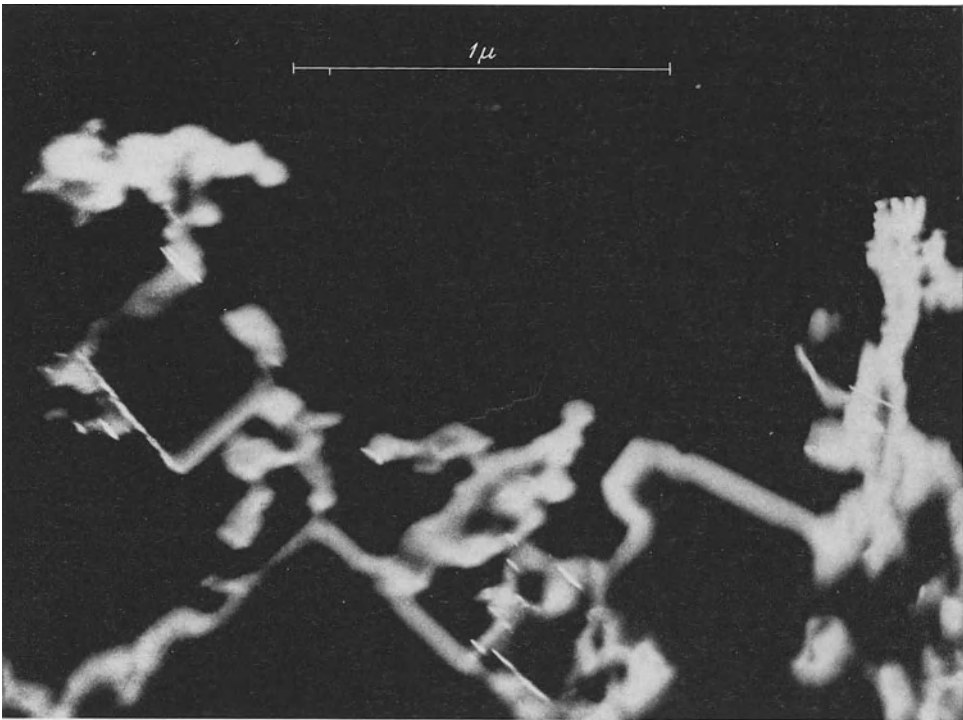


Abb. 286. Das erste übermikroskopische Dunkelfeldbild. Aufnahme des in Abb. 284 mit Hellfeld photographierten Objektausschnittes bei einem Öffnungsverhältnis des Objektivs von  $9 \cdot 10^{-2}$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)

mikroskopes und gleicher Zielsetzung durchgeführte Untersuchung<sup>1</sup> gab zum ersten Male mit höherer Auflösung die Struktur von Staub- und Rauchteilchen wieder. Nachdem in neuerer Zeit das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes wieder verbessert und die Möglichkeit von Stereo- und Dunkelfeldbildern hoher Auflösung gegeben war, wurde eine etwas umfassendere Strukturuntersuchung von Stauben und Rauchen, die zugleich die Grundlage dieses Abschnittes bildet, vorgenommen<sup>2</sup>. Die Besprechung der nichtmetallischen Rauche wird in diesem Kapitel erst im Anschluß an die Behandlung der Metall- und Metalloxydrauche erfolgen, da die letzteren sehr geeignet sind, um die Möglichkeiten der elektronenmikroskopischen Methode zu veranschaulichen.

Besonders eingehend ist *Magnesiumoxydrauch*, der durch Verbrennen eines Magnesiumbandes hergestellt wurde, untersucht worden, weil dieses Objekt in verschiedener Hinsicht Interesse verdient. Die kubischen Kristalle von Magnesiumoxydrauch läßt Abb. 284 erkennen. Fast scheinen die Kristalle, die hier nicht auf einer Folie liegen, dem Schwerfeld entrückt zu sein und frei im Raum zu schweben. Hochinteressant ist hier die durch die weitere Aufnahme Abb. 285 ermöglichte Feststellung, daß zwischen den Kristallen und zwar, wie ein Stereobild erkennen ließ, zwischen den Kristallecken feine Fäden verlaufen. Die Fadenstärke läßt sich aus diesem Bilde, das einen Ausschnitt aus der vorausgegangenen Abbildung links oben bringt, zu etwa  $2 \mu$  abschätzen. Das ganze

<sup>1</sup> FRIESS, H. u. H. O. MÜLLER: Staube und Rauche im Übermikroskop. Gasmasker Bd. 11 (1939) Heft 1 S. 1.

<sup>2</sup> ARDENNE, M. v. u. D. BEISCHER: Untersuchungen von Metalloxydrauchen mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Elektrochemie Bd. 46 (1940) Heft 4 S. 270.

große Kristallaggregat in Abb. 284 links wird von ein bis zwei solcher Ketten getragen. Wir haben es also mit Molekülketten, die nur wenige Moleküldurchmesser dick sind, von überraschend hoher Festigkeit zu tun. Auch die außerordentliche Übergangsschärfe solcher Konturen dieser Abbildung, die in einer Raumebene größter Schärfe liegen, ist hervorzuheben. Derselbe Faden und

1 $\mu$

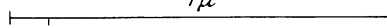
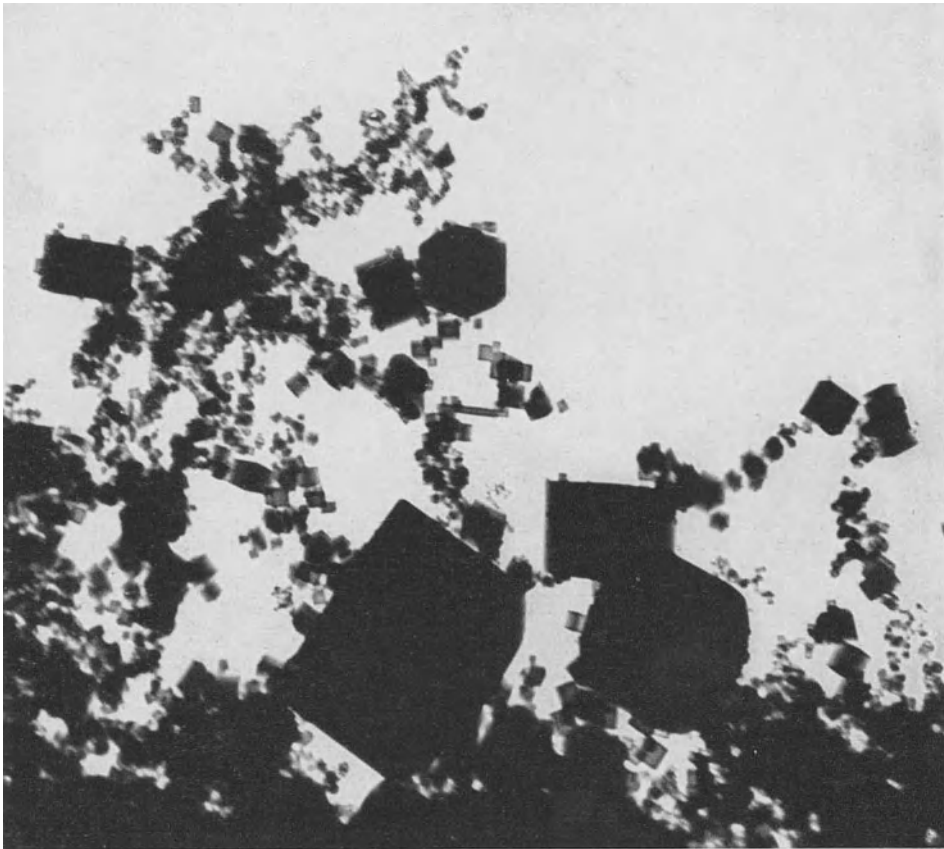



Abb. 287. Eine andere Photographie von frischem Magnesiumoxydrauch. (Aufnahme v. ARDENNE.)

ähnliche Ketten konnten auch auf anderen zur Kontrolle durchgeführten Aufnahmen des gleichen Objektes wiedergefunden werden, so daß es sich nicht um einen Plattenfehler oder um eine Zufallserscheinung handeln kann. In Abb. 286 ist ein Dunkelfeldbild des gleichen Objektes wie in Abb. 284 wiedergegeben. Diese Aufnahme, die zugleich das erste übermikroskopische Dunkelfeldbild darstellt, ist noch mit verhältnismäßig großer Objektivapertur aufgenommen, so daß eine relativ geringe Schärfe und Tiefenschärfe besteht. Interessant sind auf diesem Bilde die eigenartigen, zu reflektierenden Netzebenen parallelen hellen Streifen, die auf Reflexion der Elektronen (Glanzwinkel!) an den entsprechenden Netzebenen zurückzuführen sind. Da die zur Herbeiführung des Dunkelfeldbetriebes hier vorgenommene Neigung des Beleuchtungsstrahlenganges nur etwa einen Winkelwert unter  $10^{-2}$  hatte, wird

nicht wie in einer Arbeit von H. BOERSCH<sup>1</sup> diese Abbildung durch den Strahlungsanteil eines intensiven Interferenzmaximums (Beugungsrings) bewirkt, sondern durch reflektierte Strahlungsanteile des Primärstrahles.

Die Würfelform von Magnesiumoxydrauch-Kristallen geht besonders schön auch aus der Aufnahme Abb. 287 hervor.

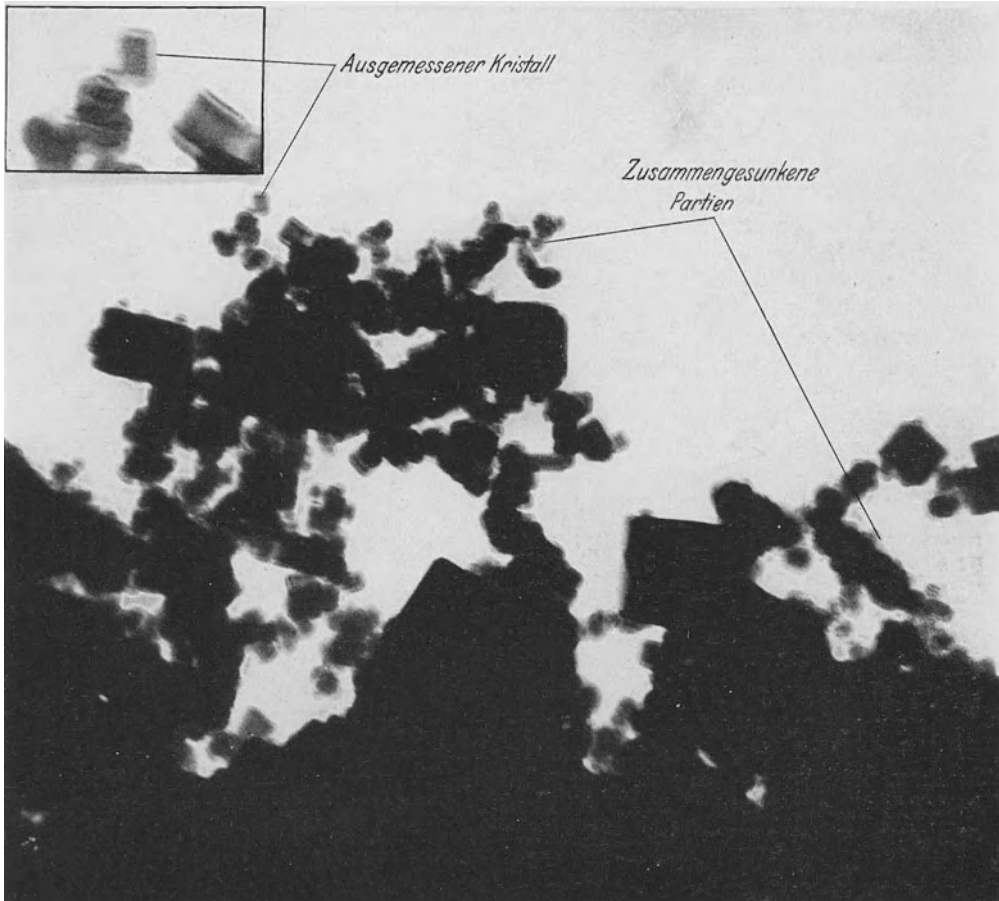


Abb. 288. Sichtbarmachung der Morphologie eines Reaktionsvorganges; Überführung von Magnesiumoxyd (Abb. 287) in basisches Magnesiumkarbonat. Besonders an dem markierten Kristall ist zu sehen, wie ein Mantel des Reaktionsproduktes den noch unveränderten, durch seine höhere Dichte sich abhebenden Kern umgibt. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Die kleinsten Würfel haben auf diesem Bilde eine Kantenlänge von etwa  $10 \mu$ . Die Würfel lagern sich hier teilweise an den Ecken, teilweise an den Kanten und teilweise an den Flächen zu kettenförmigen Gebilden zusammen. Die gleiche in Abb. 287 abgebildete Objektpartie ist in Abb. 288 aufgenommen, nachdem das Präparat mehrere Stunden wieder an Luft gestanden hatte. Bei Berührung mit Luft tritt chemische Reaktion des Magnesiumoxydes mit Wasserdampf und Kohlensäure der Atmosphäre ein. Es bildet sich dabei zunächst

<sup>1</sup> BOERSCH, H.: Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop. I. Ann. Phys., Lpz. V Bd. 26 (1940) Heft 7 S. 631.

an der Oberfläche aus dem Oxyd ein basisches Karbonat. Diese Reaktion schreitet in die Tiefe fort, bis schließlich die ganzen Kristalle in Karbonat übergegangen sind. Eingehend wurde diese Reaktion von A. STETTbacher<sup>1</sup> untersucht. Aus dem Vergleich mit Abb. 287 ist hier zum ersten Male in der 10  $\mu$ -Dimension die *Morphologie* eines *Reaktionsvorganges* sichtbar gemacht. Die ursprünglichen Kristalle sind mit einer zweiten Schicht geringerer Dichte eingehüllt worden, die besonders bei denjenigen Kristallen sich deutlich abhebt, bei denen einzelne Flächen zufällig parallel zur Mikroskopachse gelagert sind. Die Ausmessung der Originalabzüge der beiden Abbildungen ergab beispielsweise bei einem in Abb. 288 bezeichneten Kristall von ursprünglich 36  $\mu$  Kantenlänge, daß die letztere durch die Reaktion auf 24  $\mu$  zurückging, wobei sich jedoch gleichzeitig eine Reaktionsschicht aus basischem Karbonat gebildet hatte, die die Kantenlänge der Einheit auf etwa 50  $\mu$  erhöhte. Die Reaktionsschicht geringerer Dichte hebt sich dabei scharf von dem noch nicht umgesetzten Kristallkern ab. Wir lernen hier eine sehr wichtige Eigenschaft des auf Dichteunterschiede ansprechenden Elektronenmikroskopes kennen. — Bei den kleinsten Kristallen hat bereits eine vollständige Umsetzung stattgefunden. Die geringere mechanische Festigkeit der entstandenen, stärker aufgelockerten Reaktionsprodukte hat zu einem Zusammensinken des Rauchgebildes geführt, das besonders im oberen Bildteil gut erkennbar ist. Umgekehrt sind die größten im Bilde sichtbaren Kristalle kaum angegriffen. Diese Beobachtung bildet eine Bestätigung der auch aus anderen Wahrnehmungen bekannten Tatsache, daß kleinere Kristallite gegenüber größeren Aggregaten eine erhöhte Reaktionsgeschwindigkeit zeigen.

Die Staub- und Rauchflocken sind räumlich ausgedehnte Gebilde, deren wahrer Aufbau erst durch stereoskopische Betrachtung zu erkennen ist. Das *Stereobild* einer *Magnesiumoxydrauchflocke* nach Art der Abb. 288 ist auf den photographisch vervielfältigten Tafeln am Ende des Buches an erster Stelle wiedergegeben. Zwischen den beiden Aufnahmen ist das Objekt hier um 4° geschwenkt worden.

Magnesiumoxydrauch ist auch mit dem Elektronen-Schattenmikroskop photographiert worden<sup>2</sup>. Ein Vergleich des in der zitierten Literaturstelle gebrachten Bildes mit den in diesem Abschnitt wiedergegebenen Bildern<sup>3</sup> fällt sehr zugunsten des normalen Elektronenmikroskopes aus. Das gleiche ist der Fall bei einem Vergleich der in diesem Buch enthaltenen Elektronen-Rastermikroskopbilder mit den übrigen Bildern. Zwar zeigen die mit den beiden Sondenmikroskopen erhaltenen Bilder, daß das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes auch auf ihnen weit überschritten ist. Die Unterlegenheit ist jedoch bei dem bisher allein experimentell durchgearbeiteten Objektdurchstrahlungsverfahren so groß, daß der Verfasser auf die Wiedergabe einer größeren Anzahl mit ihnen erzielter Bilder in dem vorliegenden Buch verzichtet. Praktisch wichtige Ergebnisse, die diesem Buchteil zugeordnet wären, dürften die Sondenmikroskope erst dann vermitteln, wenn sie für spezielle Aufgaben eingesetzt werden (z. B. Aufsichtbeobachtung von Objekten), wo das normale Elektronenmikroskop aus den früher eingehend besprochenen Gründen versagt.

Eine ähnliche Aneinanderlagerung von kubischen Kristallen wie beim Magnesiumoxydrauch ist, wie die Aufnahme Abb. 289 zeigt, bei *Kadmium-*

<sup>1</sup> STETTbacher, A.: Z. angew. Chem. Bd. 39 (1926) S. 1152 und Chemiker-Ztg. Bd. 50 (1926) S. 771.

<sup>2</sup> BOERSCH, H.: Das Elektronen-Schattenmikroskop. I. Geometrisch optische Versuche. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 12 S. 346.

<sup>3</sup> Man vgl. auch hierzu das Magnesiumoxydrauchbild in H. MAHL: Über das elektrostatische Elektronenmikroskop hoher Auflösung. Z. techn. Phys. Bd. 20 (1939) Heft 11 S. 316.

oxydrauch gegeben. Auch hier ist das Präparat dadurch gewonnen, daß die Rauchteilchen freitragend über der Öffnung der Objektträgerblende sich ab-

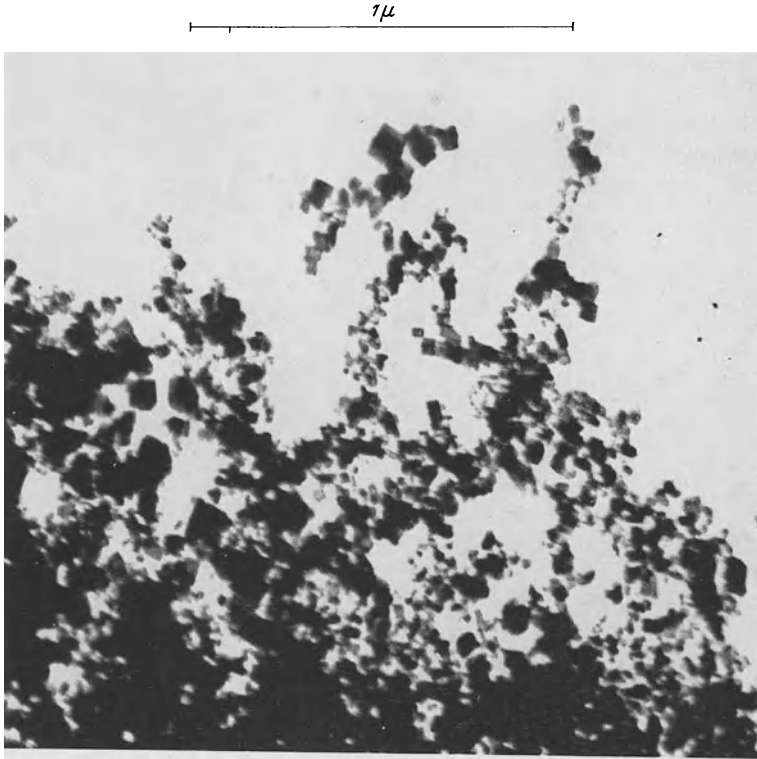


Abb. 289. Kubische Kadmiumoxydkristalle aus dem Rauch einer Bogenlampe. (Aufnahme v. ARDENNE.)

gelagert haben, jedoch wurde der Rauch selbst aus einem an freier Luft brennenden Lichtbogen zwischen Kadmiumelektroden erhalten. An Hand dieser Aufnahme wurde durch Auszählung der Teilchen gleicher Größe eine Häufigkeitskurve aufgestellt, die in Abb. 290 abgedruckt ist. Die Auszählung erstreckte sich auf etwa 400 Einzelteilchen und ergab, daß bei Teilchengrößen von etwa  $13 \text{ m}\mu$  ein ausgeprägtes Häufigkeitsmaximum auftritt. Dieses Beispiel möge noch einmal zum Ausdruck bringen, daß aus den Elektronenbildern außerordentlich leicht ein statistischer Überblick über die Dispersion kolloider Präparate gewonnen werden kann. Auf röntgenographischem Wege ergaben sich für einen Kadmiumoxydrauch, der ebenfalls aus dem Lichtbogen hergestellt wurde, Kristallitgrößen von etwa  $50 \text{ m}\mu$ <sup>1</sup>.

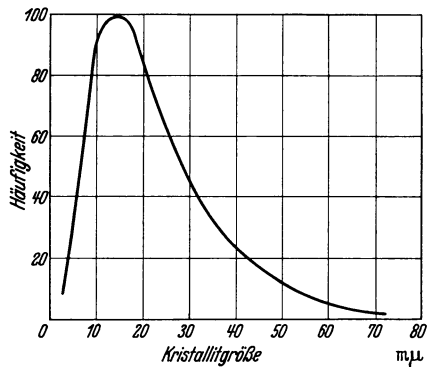


Abb. 290. Durch Ausmessung der vorausgehenden Abbildung erhaltene Größenverteilungskurve für die Einzelkristalle.

Andererseits wurde aus Elektroneninterferenzen für das gleiche Objekt eine mittlere Kristallitgröße von  $12 \text{ m}\mu$  berechnet. Der letztere Wert steht in guter

<sup>1</sup> WALMSLEY, H. P.: Proc. phys. Soc., Lond. Bd. 40 (1928) S. 7. — BEISCHER, D.: Z. Elektrochem. Bd. 44 (1938) S. 375.



Übereinstimmung mit der Teilchengröße maximaler Häufigkeit der Abb. 290. Die Abweichung der Ergebnisse aus der Röntgenmethode sind sehr wahrscheinlich darauf zurückzuführen, daß die Hauptmasse des Präparates in den größeren

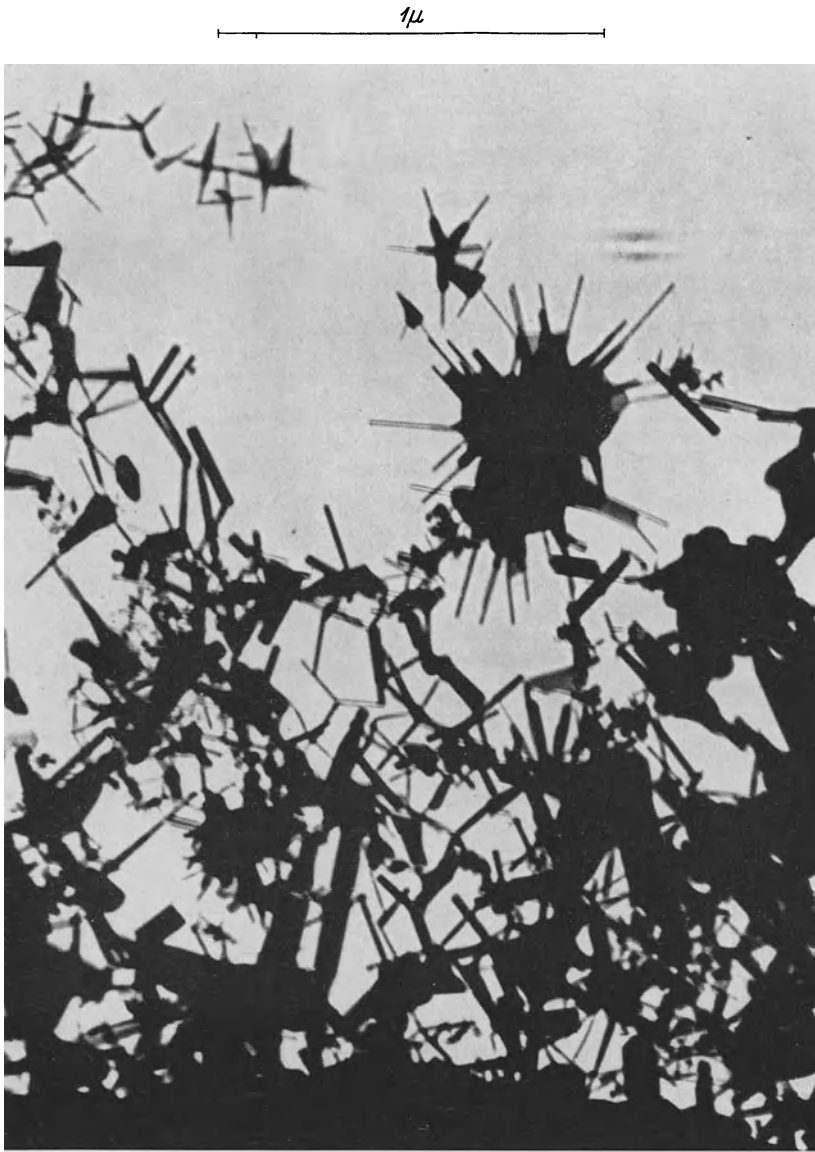


Abb. 291. Die Feinstruktur von Zinkoxydrauch mit langen, von den Kristallisationszentren gewachsenen, teilweise aufgespaltenen Nadeln. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Kristalliten vereinigt ist. Die Gegenüberstellung der nach den verschiedenen indirekten Methoden erhaltenen Ergebnisse mit den nach der elektronenmikroskopischen Methode gewonnenen Einblicken ist hervorragend geeignet zur Kontrolle der indirekten Methoden, zur Eingrenzung ihrer Anwendungsbereiche, sowie andererseits zur Klarstellung derjenigen Verhältnisse, wie sie allein anwendbar sind.

Ein eigentümlich lockeres Gefüge zeigt der auch von anderen Autoren<sup>1</sup> elektronenmikroskopisch untersuchte *Zinkoxydrauch*. Die Feinstruktur dieses ebenfalls aus einer Bogenentladung gewonnenen Objektes zeigen die Elektronenbilder Abb. 291 und 292. Aus Kristallisationszentren, die möglicherweise durch Absprengung von feinsten Metallteilchen aus der Bogenentladung gebildet werden, wachsen durch Kondensation von Metaldampf lange Nadeln nach allen Richtungen des Raumes. Die feinsten Nadeln haben eine Breite von

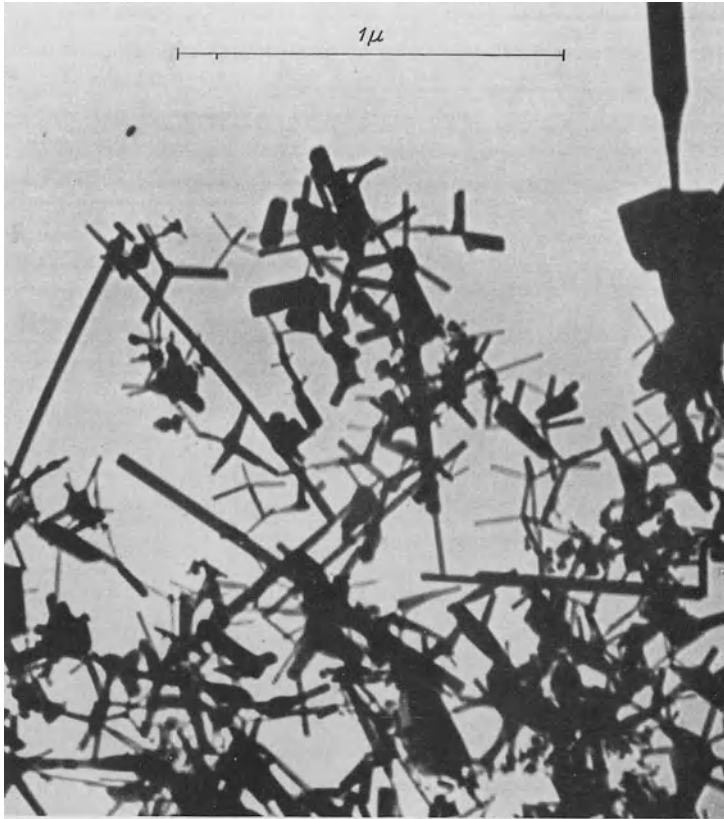


Abb. 292. Ein weiteres Bild von Zinkoxydrauch. (Aufnahme v. ARDENNE.)

4  $m\mu$ . Im allgemeinen herrscht eine Nadelbreite von 10  $m\mu$  und eine Nadellänge von 200  $m\mu$  vor. Teilweise haben die Nadeln deutlich lamellare Form. Die räumliche Gestalt und die lockere Aggregation der Primärteilchen geht aus der *Stereoaufnahme*, die auf den Tafeln am Ende des Buches an zweiter Stelle wiedergegeben ist, hervor. Die zuletzt besprochenen Bilder sind gut geeignet, um nachzuweisen, daß die elektronenmikroskopische Methode, insbesondere in Verbindung mit stereoskopischer Betrachtung, schon heute in der Lage ist, wichtige Beiträge zur Frage der Kristallkeime und des Kristallwachstums zu liefern. Um die in dieser Richtung gegebenen Möglichkeiten weiter auszunutzen, empfiehlt es sich, im Mikroskop die im Abschnitt L I besprochene *Objektreaktionskammer* anzuwenden. Die Objektreaktionskammer

<sup>1</sup> MAHL, H.: Metallkundliche Untersuchungen mit dem elektrostatischen Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 21 (1940) Heft 1 S. 17.

ermöglicht auch vorzüglich die Beobachtung von Vorgängen nach Art der Abb. 287 und 288. Auch für Untersuchung von Vorgängen an Katalysatoroberflächen, für die Sichtbarmachung der Vorgänge bei der Ultrafiltration und für viele andere Spezialaufgaben dürfte diese Hilfseinrichtung wertvolle Dienste leisten.

Die weitere Aufnahme einer Metalloxydflocke ist in Abb. 293 abgebildet. Hier handelt es sich um lockere Strukturen mit kugelförmigen Einzelteilchen von *Bleioxyd*, wobei die Teilchen offenbar durch kurze Stränge miteinander in

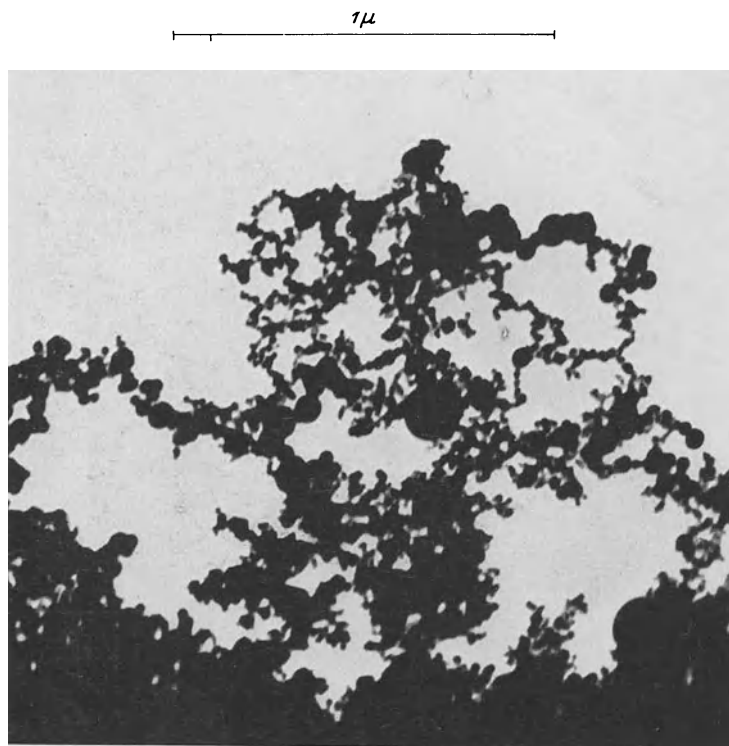


Abb. 293. Bleioxydrauch aus einer Bogenentladung. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Verbindung stehen. Auf diesem Bilde kommt besonders schön die Kettenbildung bei dem wieder aus dem Lichtbogen gewonnenen Präparat zum Ausdruck. Die Neigung zur Aneinanderreihung ist bedingt durch eine elektrische Polarisierung der Einzelteilchen bei der Entstehung im Lichtbogen. Aus der Ausbildung von kugelförmigen Teilchen muß der Schluß gezogen werden, daß sich der Bleidampf zu Flüssigkeitströpfchen kondensiert, die erst nachträglich durch den Luftsauerstoff oxidiert werden.

Ein Bild von *Eisen-III-Oxyd* ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), das durch thermische Zersetzung von Eisenpentakarbonyl bei  $200^\circ$  erhalten wurde, zeigt das Titelbild des Buches. Die kleinsten Teilchen der Aggregate haben Durchmesser von etwa  $4\text{ m}\mu$ . Bei einem auf gleiche Weise dargestellten Präparat wurde aus Elektronenbeugungsbildern eine Kristallitgröße von etwa  $2\text{ m}\mu$  berechnet<sup>1</sup>. Die letztere Größe fällt nahezu mit der kleinsten überhaupt möglichen Keimgröße zusammen.

<sup>1</sup> HAUL, R. u. T. SCHOON: Z. Elektrochem. Bd. 45 (1939) S. 663.

Es können also in den elektronenmikroskopisch abgebildeten Partikeln von  $4\text{ m}\mu$  nur wenige Keime zusammengefaßt sein.

In einem durch Zersetzung von Eisenpentakarbonyl mit ultraviolettem Licht erhaltenen *Eisen-III-Oxyd* ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) (siehe unten Abb. 317), haben die Primärteilchen ebenfalls eine durch Elektronenbeugung bestimmte Größe von etwa  $2\text{ m}\mu$ . Jedoch zeigte ein Vergleich mit dem Titelbild, daß die durch Aggregation entstandene Sekundärstruktur trotz gleicher Primärteilchengröße wegen der bei der Aggregation wirksamen sehr verschiedenen Bedingungen starke Unterschiede aufweist<sup>1</sup>.

Die Aufnahme eines Rauches, der durch Brennen eines Lichtbogens zwischen *Aluminiumelektroden* unter Stickstoff hergestellt wurde, ist in Abb. 294 mit

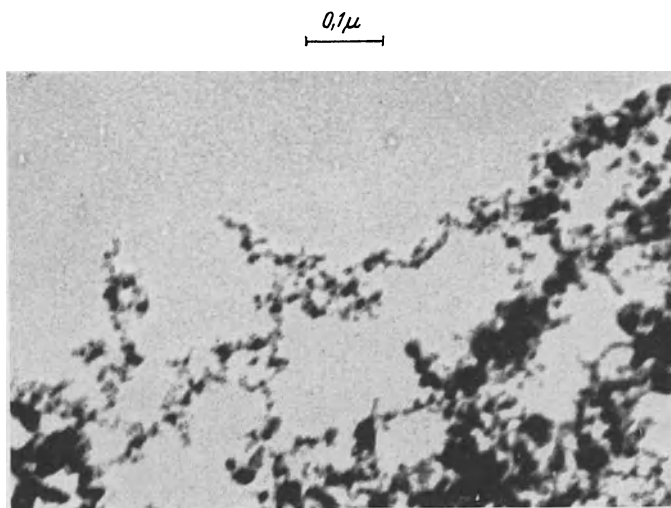


Abb. 294. Aluminiumnitrid in feinsten Aufteilung aus einem in Stickstoffatmosphäre brennendem Lichtbogen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

100000facher Vergrößerung abgebildet. Die sehr feinen Aluminiumnitridpartikel werden von den Elektronen schon sehr stark durchstrahlt. Aus diesem Grunde wurde das Bild mit einer reellen Öffnung des Objektivs von nur  $5 \cdot 10^{-3}$  aufgenommen, so daß schon besonders kleine Elektronenstreuungen am Objekt genügen, um die Elektronen nicht mehr in den Abbildungsstrahlengang gelangen zu lassen. Trotzdem ist auf diesem Bilde noch ein relativ geringer Bildkontrast in den Teilen zu beobachten, wo nur eine Schicht von Primärteilchen durchstrahlt wird. Bei diesem Präparat liegen somit Verhältnisse vor, die für die Anwendung der übermikroskopischen Dunkelfeldmethode günstig sind. Den gleichen Ausschnitt des Präparates zeigt Abb. 295 im Hellfeld und Abb. 296 im Dunkelfeld. Wir sehen auf den beiden Bildern die auch schon von der Lichtmikroskopie her bekannte Erscheinung, daß allerfeinste Partikel im Dunkelfeldbild sich mit viel stärkerem Kontrast abheben als im Hellfeldbild.

Eine mit dem Siemens-Instrument gewonnene Aufnahme von *Titanoxydrauch* zeigt Abb. 297. Links ist in der gleichen Abbildung eine lichtoptische Aufnahme desselben Objektes gebracht. Die Gegenüberstellung veranschaulicht eindrucksvoll den durch das Elektronenmikroskop gegebenen Fortschritt.

<sup>1</sup> Eisenoxydrauch, aus einem Lichtbogen niedergeschlagen, ist elektronenmikroskopisch abgebildet in H. MAHL: Metallkundliche Untersuchungen mit dem elektrostatischen Übermikroskop. Z. techn. Phys. Bd. 21 (1940) Heft 1 S. 17.

Ein nichtmetallischer Rauch ist schon in Abb. 238 in anderem Zusammenhange abgebildet worden. Eine mit dem Universal-Elektronenmikroskop gewonnene Aufnahme des gleichen Objektes bringt Abb. 298. Eine weitere,

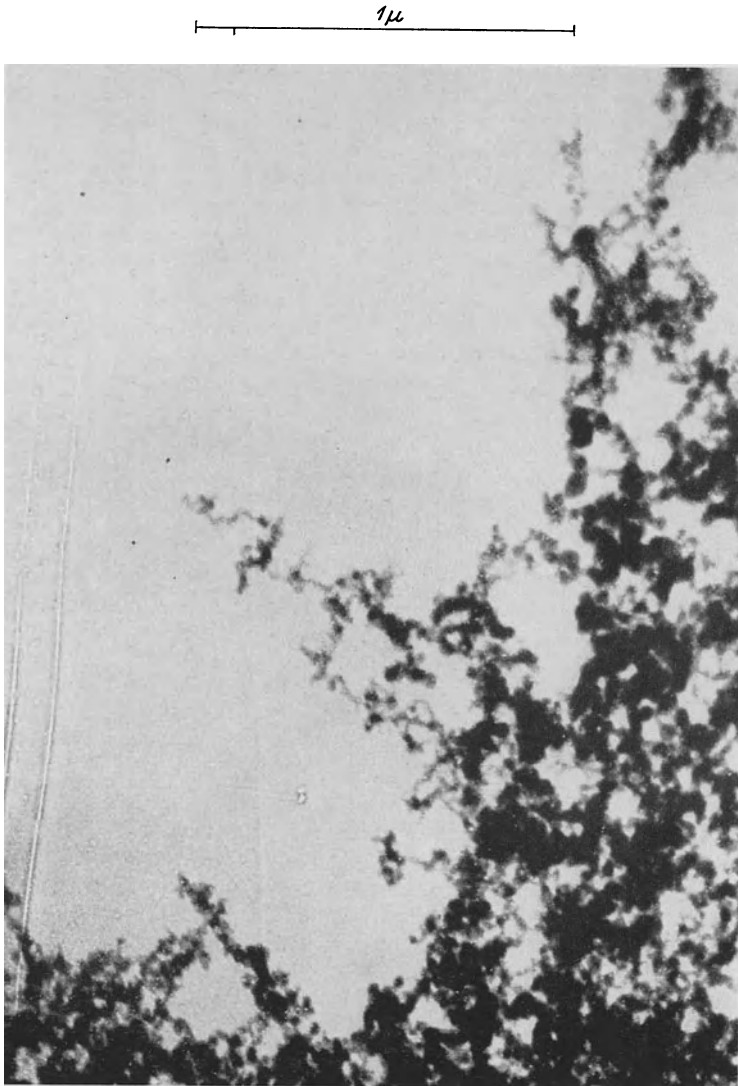


Abb. 295. Hellfeldbild von Aluminiumnitrid in feinsten Aufteilung. (Aufnahme v. ARDENNE.)

wesentlich stärker vergrößerte Aufnahme von *Ruß aus einer Zedernholzölflamme* zeigt Abb. 299. Infolge der Anwendung eines wirksamen Öffnungsverhältnisses von nur  $2 \cdot 10^{-3}$ , sowie der sehr hohen Vergrößerung treten die Beugungssäume an den Konturen stärker hervor. An der durch Pfeile gekennzeichneten Stelle hat der Abstand zweier Rußteilchen gerade einen solchen Wert, daß aus ihm Rückschlüsse auf das Auflösungsvermögen gezogen werden könnten. Bei diesem unter allen Aufnahmen dieses Buches am stärksten vergrößerten Bilde möge man sich vergegenwärtigen, daß ein Bakterium mittlerer Größe im gleichen

Maßstabe eine Länge von etwa 1  $\mu$  haben würde und daß das ganze Gesichtsfeld dieser Figur etwa gerade die Fläche des Unschärfekreisdurchmessers beim Lichtmikroskop besitzt.

1  $\mu$

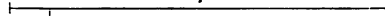
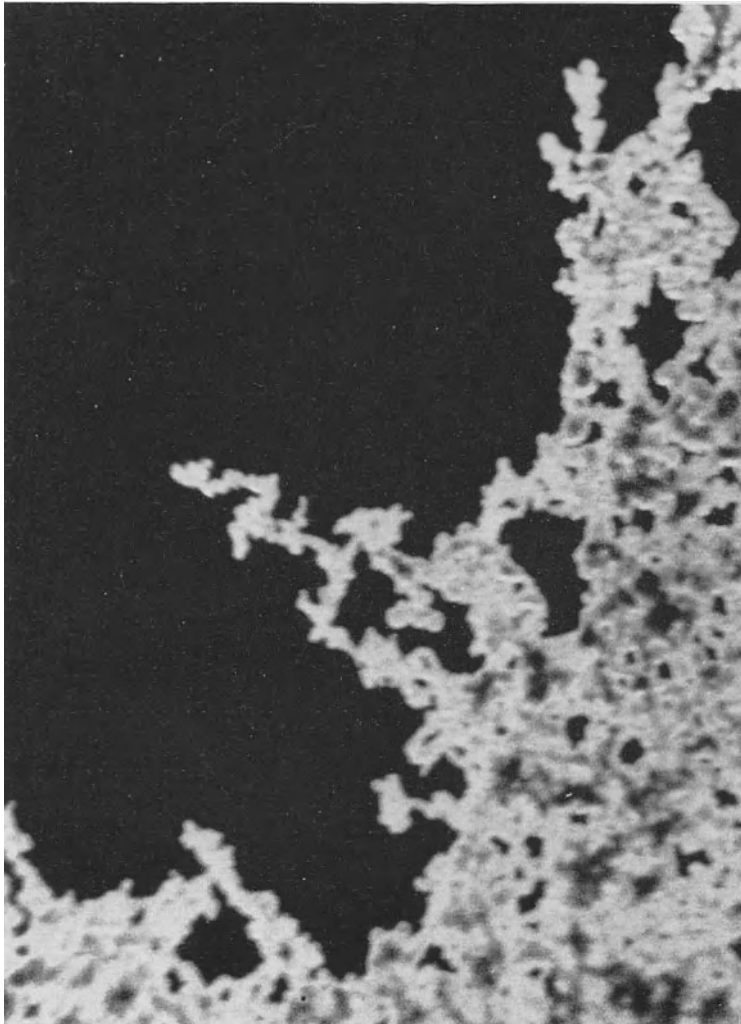



Abb. 296. Der Objektausschnitt des vorausgehenden Bildes im Dunkelfeld. Objektivblendendurchmesser 3  $\mu$ . Objektivbrennweite 1,6 mm. Beschleunigungsspannung 60 kV. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Der untersuchte Ruß ballt sich bei längerem Stehen allmählich zu größeren Aggregaten zusammen. Das Hellfeldbild von einige Wochen abgelagertem Ruß aus einer Zedernholzölflamme bringt Abb. 300. In der gleichen Abbildung ist ein Teil aus einer mit 7  $\mu$ -Objektivblende durchgeführten Aufnahme wiedergegeben, der das charakteristische Aussehen der Konturen beim Arbeiten mit nicht ausreichend gereinigter Objektivblende veranschaulicht. Das mit einem Objektivöffnungsverhältnis von  $3 \cdot 10^{-3}$  von dem gleichen Objektausschnitt erhaltene Dunkelfeldbild der Rußflocke ist in Abb. 301 wiedergegeben. Die

rechts auf diesem Bilde sichtbaren Partikel befinden sich in der mit größter Schärfe abgebildeten Raumzone. Die mikrophotometrische Ausmessung an

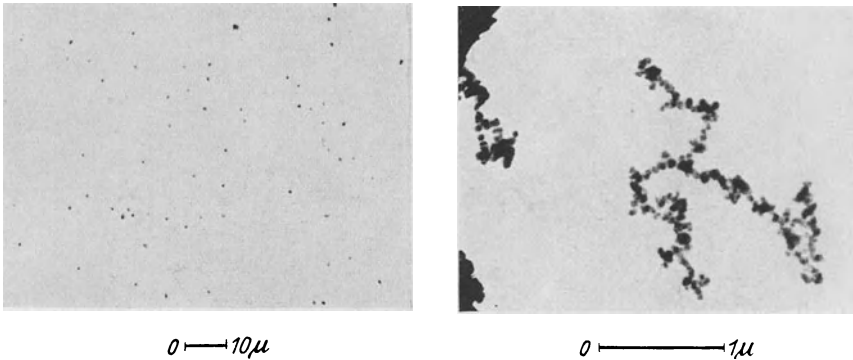


Abb. 297. Titanoxydrauch, durch Hydrolyse von Titan-tetrachloriddampf bei 800° C hergestellt, links im lichtoptischen Vergleichsbild. (Aufnahme Siemens, Präparat FRIESS-MÜLLER.)

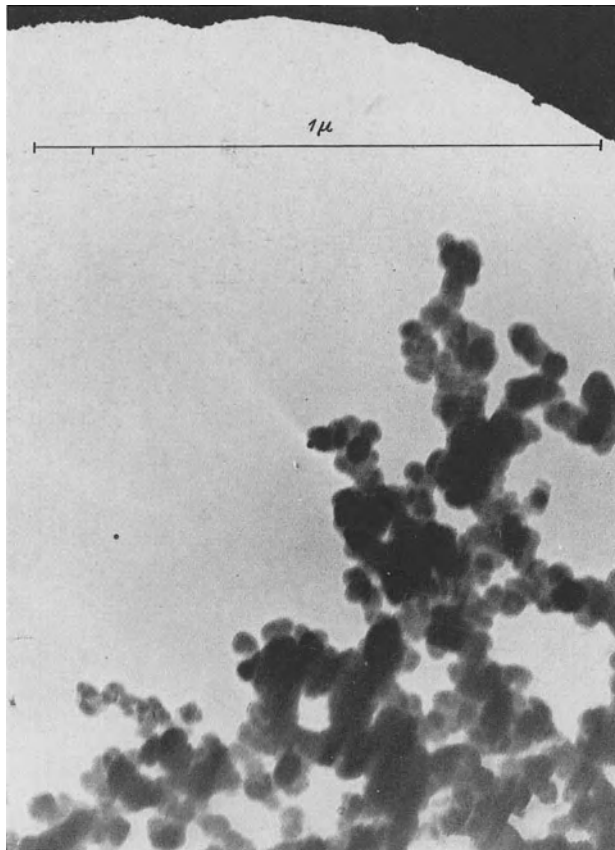


Abb. 298. Frischer Ruß aus einer Zedernholzölflamme. (Aufnahme v. ARDENNE.)

dem Negativ dieser Abbildung ergab, daß in diesen Bereichen das Auflösungsvermögen sicher nicht schlechter als 5  $\mu$  ist.

Bei den bisher besprochenen *Rauchen*, die dadurch charakterisiert sind, daß sie aus der Gasphase heraus entstehen, gestaltet sich die Präparierung der Objekte meist sehr einfach. Bei der Mehrzahl der abgebildeten Objekte wurde der Objektträger in etwa 3 bis 10 cm Abstand von der Rauchquelle, und zwar oberhalb dieser einige Sekunden so gehalten, daß seine Stirnfläche der Rauchquelle zugekehrt war. Eine Schutzhülse, die nur die Stirnfläche des Objektträgers freigibt, schützt dabei die übrige Oberfläche des Objektträgers vor dem Niederschlag. Die am Rande der Objektträgerbohrung sich bei diesem Vorgehen

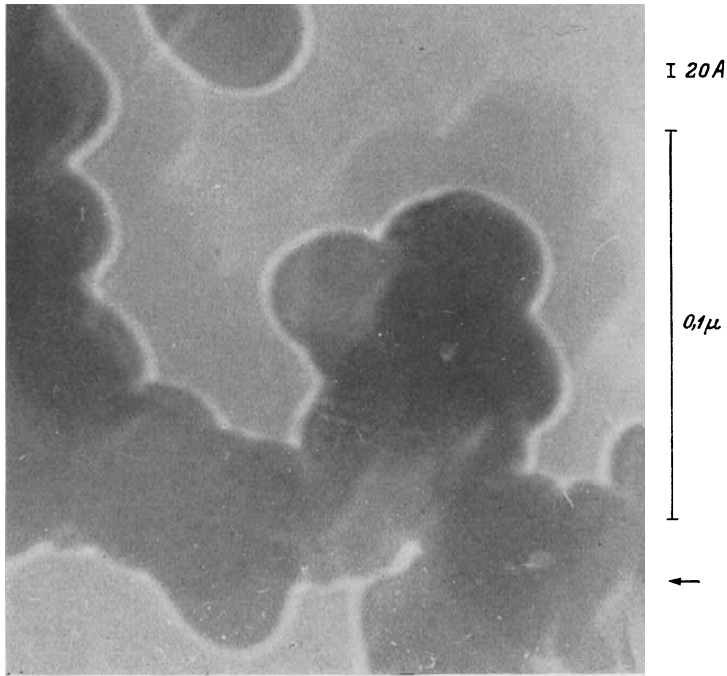


Abb. 299. 500000fach vergrößertes Bild der Rußpartikel aus einer Zedernholzölflamme. Die elektronenoptische Vergrößerung war hier 125000fach. Das Bild ist mit herabgesetztem wirksamen Öffnungsverhältnis aufgenommen, so daß hierdurch und als Folge der sehr starken Vergrößerung die Beugungssäume an den Konturen stärker hervortreten. (Aufnahme v. ARDENNE.)

absetzenden Rauchflocken besitzen auf ihrer dem Mittelpunkt der Objektträgerbohrung zugekehrten Seite stets ein sehr lockeres Gefüge und bilden in diesen Bereichen, wie wir gesehen haben, vorzügliche Testobjekte des Elektronenmikroskopes. Etwas schwieriger gestaltet sich die Präparierung für die im folgenden besprochenen Staube, die sich von den Rauchen dadurch unterscheiden, daß sie durch Zerkleinerung makroskopischer fester Körper entstanden sind. Soweit es sich darum handelt, *Staube* zu untersuchen, die *aus Mahlgut* stammen, kann die Präparierung dadurch erfolgen, daß auf die Objektträgerfolie ein Tropfen aus einer wäßrigen Aufschwemmung aufgebracht und aufgetrocknet wird. Geschieht die Tropfenentnahme unmittelbar nach dem Schütteln, so kommen im Präparat naturgemäß auch die größeren Teilchen mit vor, und es kann ein ungefährer Überblick über die Verteilung der Teilchengrößen durch Auszählung gewonnen werden. Wird der Tropfen erst abgenommen, nachdem die Aufschwemmung viele Stunden abgestanden hat, so werden vorwiegend die feinsten Schwebeteilchen erfaßt.



Bei der Untersuchung von Staubteilchen und auch von vielen anderen übermikroskopischen Objekten ist es oft erwünscht, die Dicke *und* die Dichte der Objektartikel zu unterscheiden. Im einfachen übermikroskopischen Bild ist für den Bildkontrast, wie wir früher gesehen haben, bei einer gegebenen Anlage die Massendicke des Objektartikels maßgebend. Eine Beurteilung, ob

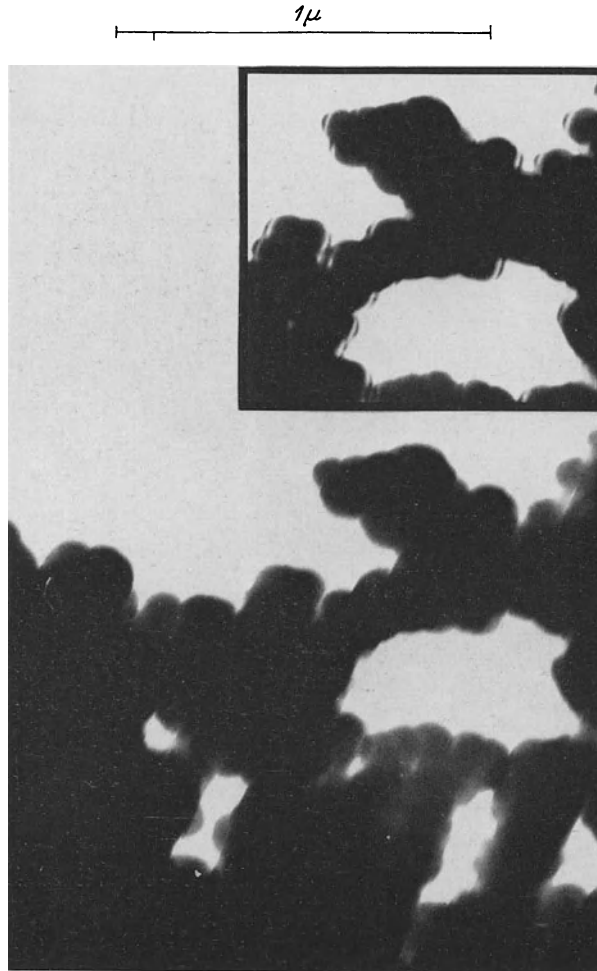


Abb. 300. Hellfeldbild von einige Wochen abgelagertem Ruß aus einer Zedernholzölflamme. Oben rechts ist ein Teil aus einer mit  $7\mu$  Objektivblende durchgeführten Aufnahme wiedergegeben, der das charakteristische Aussehen der Konturen beim Arbeiten mit nicht ausreichend gereinigter Objektivblende zeigt. (Aufnahme v. ARDENNE.)

ein bestimmter im Bilde beobachteter Schwärzungsunterschied mehr durch Dicken- oder durch Dichteunterschiede verursacht wird, ist im allgemeinen nur möglich, wenn die Abmessungen der Teilchen in Richtung der Mikroskopachse aus anderen Beobachtungen oder Bildern bekannt sind. *Erst das stereoskopische Bild gibt gleichzeitig auch die Abmessungen des Objektes in Richtung der Mikroskopachse und gestattet damit die Unterscheidung von Dicke und Dichte der Objektartikel.* So wird der Spezialist aus seiner Kenntnis der Zusammensetzung des präparierten Mahlgutes in der Regel die Natur der einzelnen Partikel identifizieren können, wenn er im Stereobilde die räumliche Gestalt und die

Dichte der Teilchen sieht. Daher dürfte das Stereo-Übermikroskop besonders geeignet sein, um Aufschlüsse über den Gang der Aufbereitung armer Erze aus Mahlgut zu liefern.

Zur Bekämpfung der Staublunge ist es wichtig, Größen und Formen von *Staubteilchen* zu untersuchen, die sich *in freier Luft* befinden. Bei diesen

1 $\mu$

---

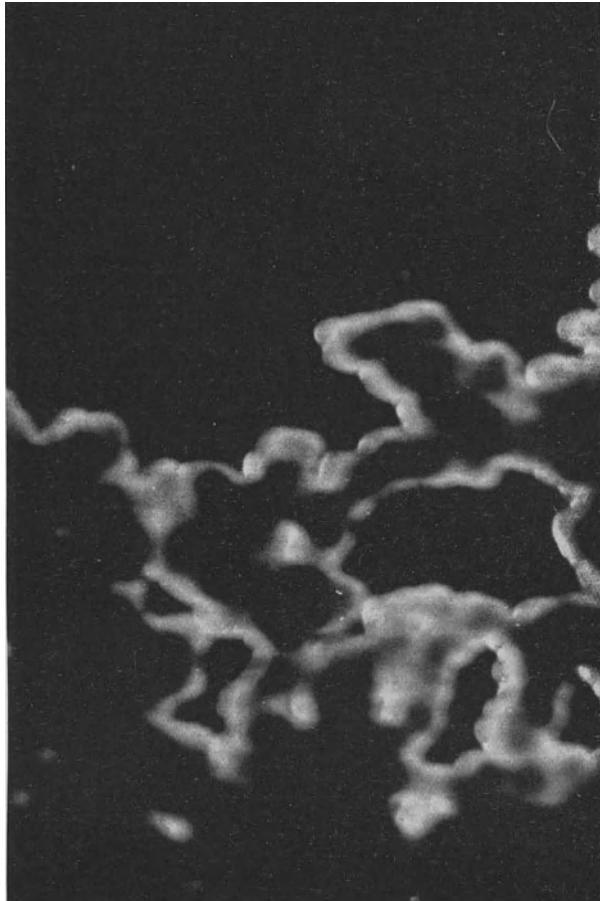


Abb. 301. Dunkelfeldaufnahme der im vorausgehenden Bilde mit Hellfeld photographierten Rußflocke.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

und ähnlichen Arbeiten kommt es sehr darauf an, den Präparierungsprozeß so zu führen, daß durch ihn das Ergebnis nicht wesentlich beeinflußt wird. Dies ist schwierig, weil Schwebstoff-Luftgemische die Eigenschaft haben, mit der Zeit an Schwebstoffteilchen, die entweder zu Boden sinken oder bei Zusammenstößen aneinander haften bleiben, zu verarmen. Der Schwebstoff sedimentiert und koaguliert. Da neben den Einzelteilchen somit Aggregate vorhanden sind, deren Größe zeitlich bedingt ist, kommt es darauf an, die Zeiten im Präparierprozeß möglichst den Zeiten anzugleichen, die bei dem der Untersuchung zugeordneten Vorgang gegeben sind.

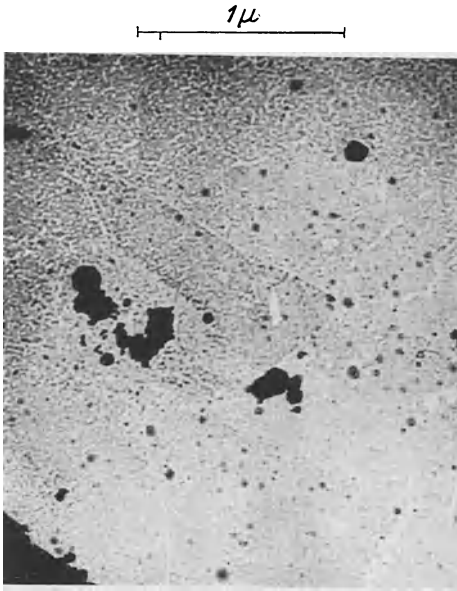


Abb. 302. Aus der Luft in einer Gießerei aufgefangene Bleioxydpartikel (Bildungstemperatur etwa 1500° C). (Aufnahme Siemens, Präparat FRIESS-MÜLLER.)

Um über die Primärstruktur des Schwebstoffes Aufschluß zu erhalten, haben FRIESS und MÜLLER<sup>1</sup> folgenden Weg zur Herstellung der Präparate eingeschlagen: Das Schwebstoff-Luftgemisch wird in eine Sedimentationskammer eingeleitet, die außer der Öffnung zur Zuführung eine Öffnung zum Entweichen der Luft besitzt. Auf dem Boden der Kammer, die etwa 10l faßt, befindet sich ein Halter mit Objektträgerblenden, die ihrerseits mit Kollodiumfolien versehen sind. Das Ganze wird nach dem Einleiten  $\frac{1}{2}$  h der Sedimentation überlassen. Auf diese Weise ergeben sich Präparate, die einen unmittelbaren Einblick in die Struktur des Staubes gewähren, wie er in der Luft wirklich vorliegt. Jedoch ist dieser Schwebstoff immerhin schon  $\frac{1}{2}$  h alt. Aus diesem Grunde haben die genannten Autoren auch dem

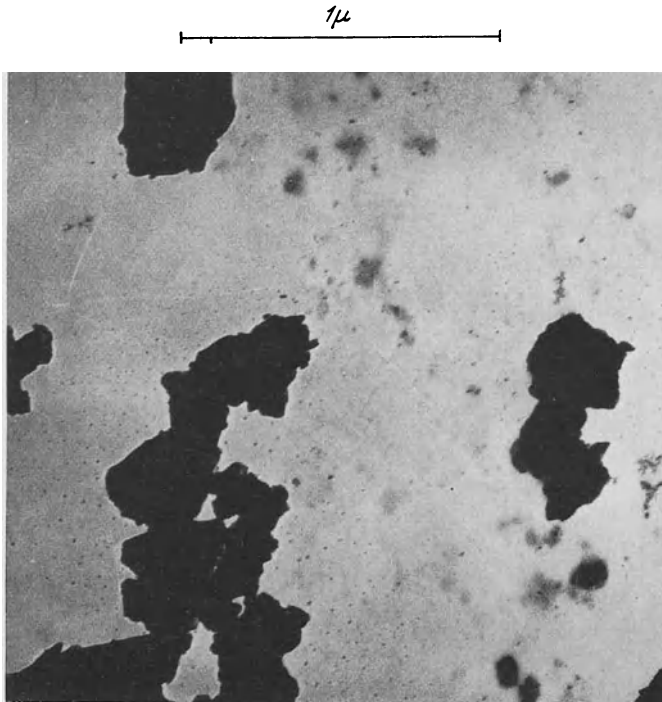


Abb. 303. Feldspat, gemahlen, in Wasser aufgeschwemmt. (Aufnahme Siemens, Präparat FRIESS-MÜLLER.)

<sup>1</sup> FRIESS, H. u. O. MÜLLER: Staube und Rauche im Übermikroskop. Gasmasken Bd. 11 (1939) Heft 1 S. 1.

strömenden Schwebstoff-Luftgemisch Proben entnommen, so daß diese Präparate einen erst wenige Sekunden alten Schwebstoff enthielten.

Die Aufnahme von *aus der Luft* in einer Gießerei *aufgefangenen Bleioxydpartikeln* vermittelt Abb. 302. Das Präparat ist nur etwa 1 min alt. Die Teilchen besitzen demnach den Dispersionsgrad, mit dem sie wirklich eingeatmet werden.

Ein Bild von *Feldspatmehl*, das in der Porzellanindustrie Verwendung findet und mit der Luft eingeatmet werden kann, zeigt Abb. 303. Das Präparat wurde dadurch erhalten, daß kleine Mengen des Mehles in Wasser aufgeschwemmt und der entstandenen Suspension nach etwa 15 min ein Tröpfchen abgenommen wurde.

Ein Bild von *Asbeststaub* gibt Abb. 304 wieder. Hier wurde ein Kapasbest gemahlen und die groben Teilchen von den feinen durch Zentrifugierung getrennt. Trotz der starken mechanischen Eingriffe, die eine Mahlung darstellt, blieben die faserigen Strukturen des Asbestes bis zu den kleinsten Teilchen herab erhalten.

Weiter unten sind an verschiedenen Stellen Bilder von Ultrafiltern und auch von für die Herstellung von Schwebstofffiltern geeigneten Substanzen gegeben. Die in dem vorliegenden Abschnitt gebrachten Bilder gewähren Einblick in die Größenordnung vieler Schwebstoffe. Bei Auswertung beider Bildergruppen lassen sich wichtige Richtlinien für die Dimensionierung von Staubfiltern gewinnen. Darüber hinaus erscheint es jedoch möglich, im übermikroskopischen Bilde auch den *Vorgang der Filterung* selbst klarzustellen, indem Präparate von Filtern hergestellt werden, die einige Zeit in Benutzung gewesen sind. Dann wird sichtbar, an welchen Fasern, Poren oder Stellen des Filters die ausfiltrierten Staube hängen bleiben.



Abb. 304. Asbeststaub aus gemahlenem Asbest, im Wasser aufgeschwemmt. (Aufnahme Siemens, Präparat FRIESS-MÜLLER.)

### c) Farbstoffe.

Auch für das große Gebiet der Farbenchemie erschließt das Elektronenmikroskop wichtige Möglichkeiten. Die Untersuchung wird sich hierbei, jedenfalls zunächst, weniger auf die Moleküle der anorganischen oder organischen Farbstoffe selbst erstrecken, denn nur relativ wenige organische Farbstoffmoleküle erreichen kolloide Größen. Meist handelt es sich um kleine Moleküle, die zu mehr oder weniger umfangreichen kolloiden Aggregaten zusammenzutreten. Temperaturverhältnisse, Farbstoffkonzentration, Wasserstoffionenkonzentration und andere Faktoren bestimmen dabei die nach Ablauf des Aggregationsvorganges sich ergebende Substanzaufteilung. So bestimmen beispielsweise bei dem in Abb. 305 aufgenommenen *Benzopurpurin* diese sekundären Einflüsse, ob der Farbstoff molekulardispers oder kolloiddispers auftritt. Von diesem Farbstoff ist bekannt, daß er unter Umständen gleichzeitig mehrere Aufteilungszustände besitzen kann. So sehen wir auch auf seinem Elektronenbilde gröbere Partikel von durchschnittlich 100 bis 200 m $\mu$  vor einem Untergrund feinerer Partikel mit etwa eine Zehnerpotenz kleinerem Durchmesser.

Aggregate, deren Durchmesser das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes wesentlich überschreiten, kamen bei dem photographierten Folienpräparat fast nicht vor, so daß bei der lichtmikroskopischen Untersuchung dieses Objektes

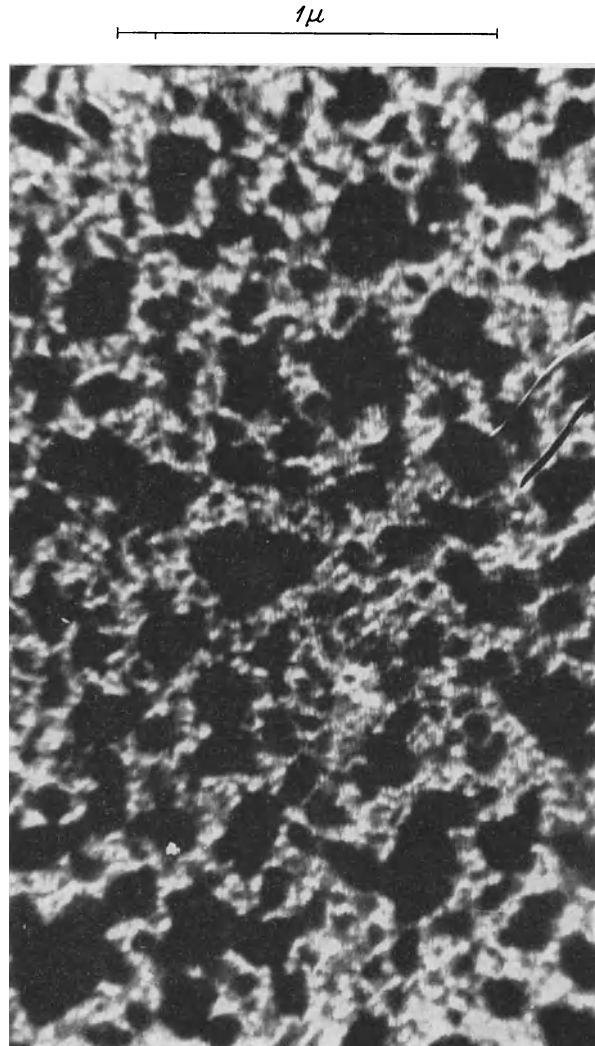


Abb. 305. Benzopurpurin. (Aufnahme v. ARDENNE.)

im durchfallenden Licht die Folie völlig unbelegt und klar erschien. Nur in opaker Beleuchtung zeigte ein schwacher Schimmer die Bedeckung der Folie mit kolloiden Teilchen an.

Eine Aufnahme von *Indigo* bringt Abb. 306. Auch hier herrscht kein einheitlicher Dispersitätsgrad vor, wenn auch die Aufteilung wesentlich feiner ist als bei dem zuvor besprochenen Benzopurpurinpräparat. Auffallend sind auf diesem Bilde die offenbar durch das Schutzkolloid (das Letztere bewirkt zugleich eine gewisse Unschärfe der Konturen) bestimmten hufeisenförmigen Aggregationen, die sich in den verschiedensten Größen wiederholen.

Das Elektronenbild eines *Azopigmentfarbstoffes* mit eigenartigen lamellenförmigen Partikeln ist in Abb. 307 wiedergegeben. Sicher ist, daß es einer sehr großen Anzahl nach bestimmten Gesichtspunkten systematisch durchgeführter Aufnahmereihen bedarf, ehe die Elektronenbilder weitergehende Aussagen über

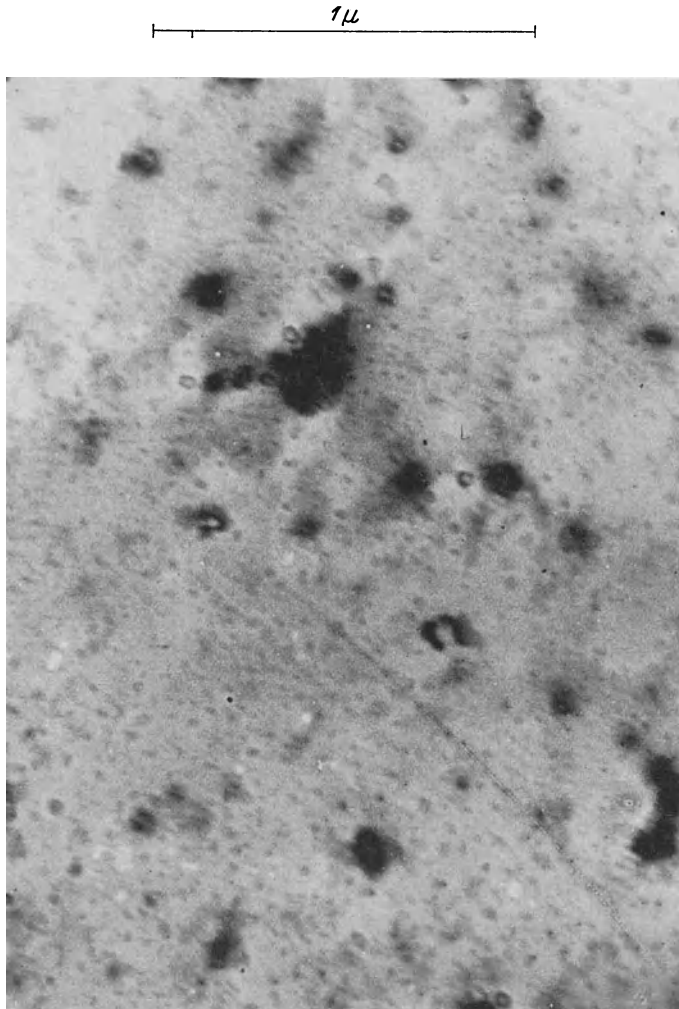


Abb. 306. Indigo mit offenbar durch das Schutzkolloid bedingten, hufeisenförmigen Aggregationen.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

morphologisch bestimmte Eigenschaften der Farbstoffe vermitteln und Gesichtspunkte zur Weiterverbesserung der Farbstoffe geben können. Hiermit steht nicht im Widerspruch, daß insbesondere bei Farben völlig gleicher chemischer Zusammensetzung das Elektronenbild auch heute schon eine wertvolle Hilfe bei der Aufklärung von Unterschieden ihrer physikalischen Eigenschaften geben kann. So werden Haftfähigkeit und Deckkraft von der Dispersität stark beeinflusst, so daß immer dann Unterschiede dieser Eigenschaften zu erwarten sind, wenn das Elektronenbild große Abweichungen in der Substanzaufteilung bei sonst gleicher chemischer Zusammensetzung erkennen läßt. Ein anorganisches Beispiel hierzu vermittelt Abb. 308. In dieser Abbildung sind *zwei handels-*

übliche Sorten von Zinkweiß photographiert. Während man unter dem Lichtmikroskop kaum Unterschiede erkennen würde, zeigen im Elektronenmikroskop die Teilchen außerordentlich verschiedene Formen.

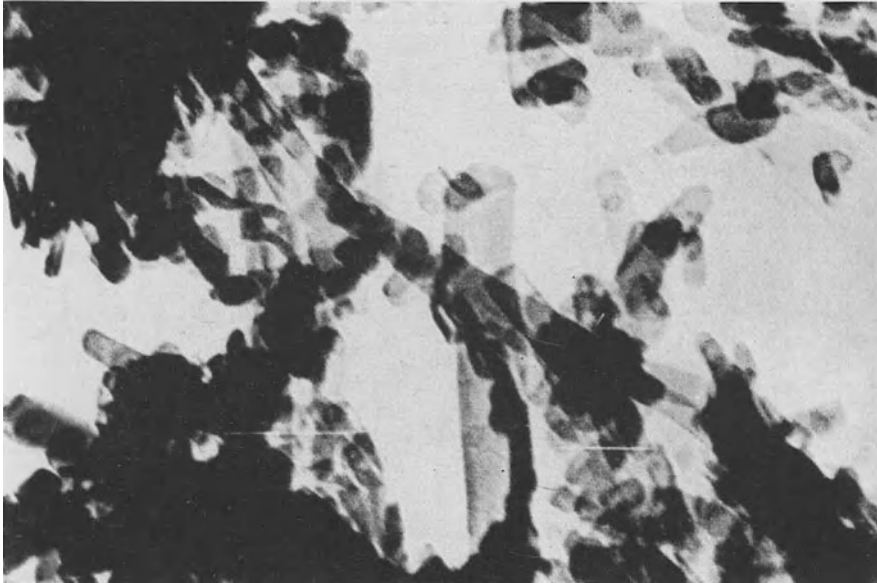


Abb. 307. Ein Azopigmentfarbstoff. (Aufnahme Siemens.)

Ein mit dem Elektronen-Rastermikroskop gewonnenes Bild von *Zinkoxydkristallen* vermittelt Abb. 309. Zum Vergleich mit diesem und dem vorausgegangenen Bilde ist in Abb. 310 ein mit besten optischen Mitteln erhaltenes

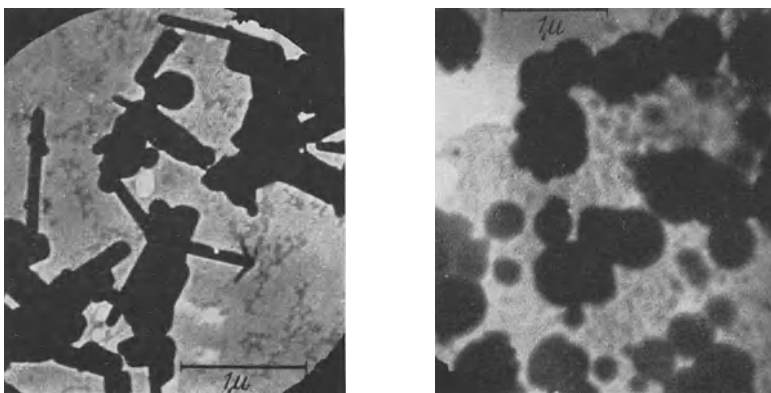


Abb. 308. Zwei handelsübliche Sorten von Zinkweiß. (Ältere Siemens-Aufnahme.)

lichtmikroskopisches Bild der gleichen Zinkoxydkristalle wiedergegeben. Im Gegensatz zu allen anderen im Rahmen dieses Buches reproduzierten Elektronenbildern wurde die Aufnahme Abb. 309 mit einer Anodenspannung von nur

23 kV und die Helligkeitsmodulation im Bilde durch Absorption bewirkt. Das Rasterbild läßt erkennen, daß auch mit diesem Prinzip das Auflösungsvermögen



Bilddaten:  $U_a = 23 \text{ kV}$ ,  $f = 1 \text{ mm}$ ,  $D = 3 \cdot 10^{-2} \text{ mm}$ , Registrierzeit 20 Min.  
 Auflösungsvermögen in Zeilenrichtung  $\approx 4 \cdot 10^{-5} \text{ mm}$ .  
 Helligkeitsmodulation durch Absorption.

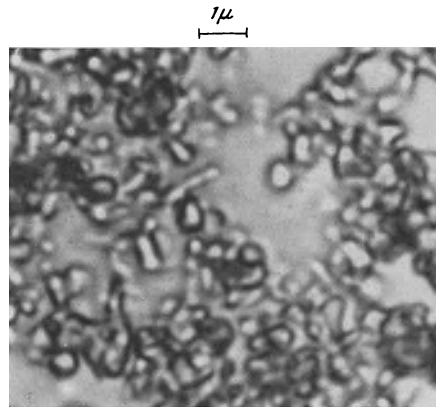
Abb. 309. Rastermikroskopbild von Zinkoxydkristallen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

des Lichtmikroskopes nicht unerheblich übertroffen werden konnte. Im Zusammenhang mit der Reproduktion dieser Aufnahme sei auf die Ausführungen im Buchabschnitt O I 2 b verwiesen.

Das Elektronenbild der Auftrocknung von einem Tropfen blauer *Füllfederhaltertinte*, die zuvor im Verhältnis 1:10 mit destilliertem Wasser verdünnt wurde, stellt Abb. 311 dar. Wir sehen hier auf einem Untergrund von Teilchen mit höchstem Dispersitätsgrad charakteristische Gallussäurenadeln, sowie runde Farbstoffkörper.

Nicht nur für die Untersuchung der Farbstoffe selbst, sondern auch für die *Klärung von Einfärb- und Beizvorgängen* dürfte die elektronenmikroskopische Methode gute Dienste leisten. So zeigt insbesondere das Stereo-Elektronenmikroskop beispielsweise unmittelbar, wo und wie die Farbstoffpartikel auf den Fasern gehalten werden, wenn nur die Farbstoffteilchen selbst,

was meist der Fall ist, im Elektronenmikroskop sichtbar sind. In diesem Zusammenhang sei auf das am Ende des Buches gebrachte Stereobild eines Palladiumasbestkatalysators verwiesen, das ebenfalls räumlichen Einblick gewährt in die Anordnung und Haftung feinsten Teilchen auf Fasern.



Bilddaten: 2 mm Apochromat, Ölimmersion  $A = 1,4$ , Auflösungsvermögen  $\approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ mm}$ .

Abb. 310. Lichtmikroskopisches Bild der gleichen Zinkoxydkristalle.



d) **Katalysatoren.**

Bei der heterogenen Katalyse ist bekanntlich die Reaktionsgeschwindigkeit nicht allein von der Masse des Katalysators abhängig, sondern einer Größe

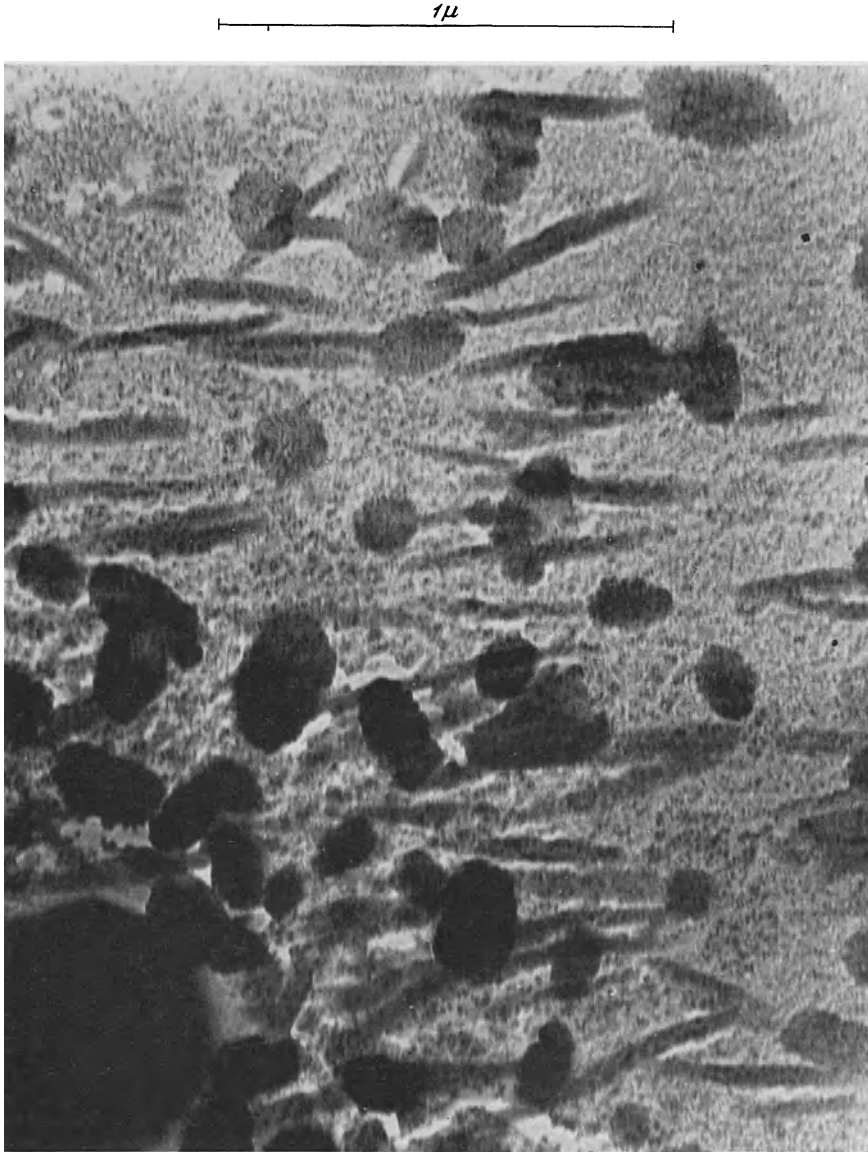


Abb. 311. Elektronenbild von blauer Füllfederhaltertinte mit Gallussäurenadeln und Farbstoffpartikeln auf einem Untergrund feinsten Teilchen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

proportional, in die vor allem die Oberflächenentwicklung und die chemischen sowie physikalischen Eigenschaften der Oberflächen eingehen. Zur Ermittlung der Oberflächengestalt war man bisher im wesentlichen auf indirekte Methoden angewiesen, da die Feinstruktur der Katalysatoren unterhalb des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskopes liegt. Als indirekte Methoden seien in diesem

Zusammenhang die HAHNSche Emaniermethode, die Oberflächenbestimmung durch Farbstoffadsorption und wieder die Ausmessung der Kristallitgrößen aus der Verbreiterung der Röntgen- und Elektroneninterferenzen erwähnt. Alle diese indirekten Methoden geben Mittelwerte und offenbaren nicht die Feinheiten des morphologischen Bildes. Außerdem ist ihre Anwendung in der Regel sehr zeitraubend. Direkten Einblick in die Oberflächengestaltung der Katalysatoren gewährt die elektronenmikroskopische Abbildung. Da die Katalysatoren räumliche Gebilde darstellen und da viele ihrer Feinstrukturen in dem durch das Universal-Elektronenmikroskop erschlossenen Größenbereich

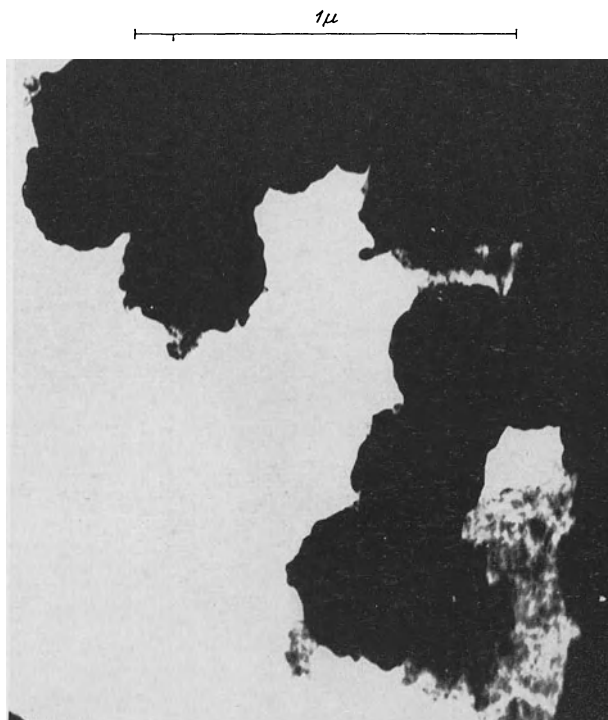


Abb. 312. Platinschwamm aus Ammoniumplatinchlorid. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

liegen und da ferner der Katalysatorenforschung größte Bedeutung zukommt, erfolgte der erste umfangreichere Einsatz des genannten Instrumentes auf diesem Gebiet<sup>1</sup>. Zur Orientierung ist aus der sehr großen Anzahl von Katalysatorensystemen eine Reihe von charakteristischen Beispielen ausgewählt worden. Systematische Untersuchungen an einzelnen besonders interessierenden Systemen (gegebenenfalls unter Verwendung einer Objektreaktionskammer) können auch hier durch Herstellung von Aufnahmereihen, die naturgemäß wesentlich mehr geben als Einzelbilder, leicht durchgeführt werden.

In der Laboratoriumspraxis leisten *kolloide Metalle der Platingruppe*, die nach den Verfahren von PAAL<sup>2</sup> und von SKITA<sup>3</sup> hergestellt werden, bei Hydrierungen wertvolle Dienste. Da diese Metalle in ihrer kolloiden Aufteilung eine

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v. u. D. BEISCHER: Untersuchungen von Katalysatoren mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Z. angew. Chem. Bd. 53 (1940) Heft 9/10 S. 103.

<sup>2</sup> PAAL, C.: Ber. dtsch. chem. Ges. Bd. 37 (1904) S. 126.

<sup>3</sup> SKITA, A.: z. B. Liebigs Ann. Chem. Bd. 427 (1922) S. 268 und Bd. 431 (1923) S. 1.

sehr große Oberfläche haben, ist die Hydrierungsgeschwindigkeit meist wesentlich größer als bei der Aufteilung des Metalles in Form von moor- oder schwammförmigen Katalysatoren. Das Elektronenbild eines *kolloiden Platinkatalysators nach PAAL* mit durch die Wirkung des Schutzkolloides bedingter fadenförmiger Aneinanderreihung der 3 bis 10  $m\mu$  großen Einzelteilchen ist schon oben in Abb. 282 wiedergegeben. Ebenso ist bereits früher in Abb. 283 die Aufnahme eines *kolloiden Platinkatalysators nach SKITA* gebracht. Die Teilchengröße lag hier im Mittel bei etwa 25  $m\mu$ .

Als weitere Beispiele seien zunächst einige wichtige Katalysatoren ohne Trägersubstanz herausgegriffen. Die folgenden drei Bilder zeigen *Platinkatalysatoren* in verschieden feiner Aufteilungsform. Ihre bildmäßige Erfassung

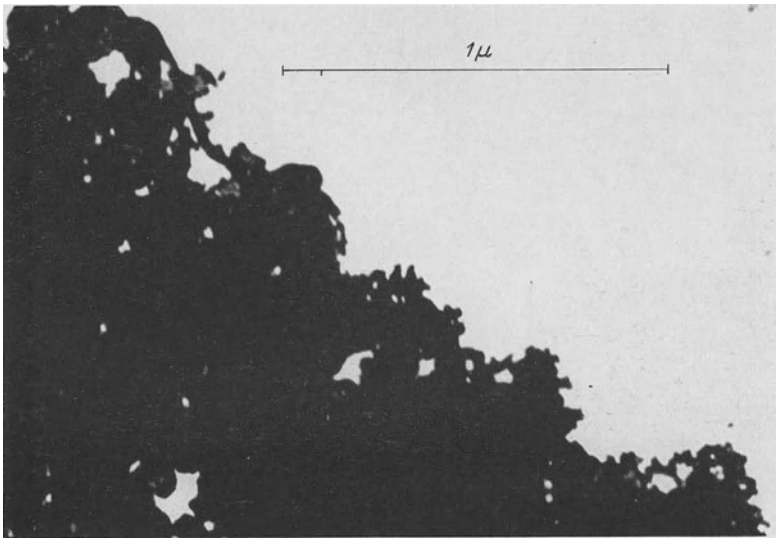


Abb. 313. Platinschwarz mit stark aufgelockertem Gefüge. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

hat starkes Interesse, weil bekanntlich die katalytische Leistung von Platin stark von der Aufteilungsform abhängt. So ist die katalytische Leistung von Platinschwarz wesentlich größer als die von Platinschwamm.

Abb. 312 bringt die Aufnahme eines *Platinschwammkatalysators*, der durch Erhitzen von Ammoniumplatinchlorid hergestellt wurde. Ebenso wie bei fast allen folgenden Katalysatoraufnahmen ist hier das Präparat freitragend am Rande des Objektträgers (ohne Anwendung einer Trägerfolie) gehalten. Neben den größeren Aggregaten, deren Durchmesser in der Größenordnung von 0,4  $\mu$  liegt, sehen wir auch sehr fein verteilte Substanz, deren Partikelgröße sich zwischen 3 und 10  $m\mu$  bewegt.

Ein Elektronenbild von *Platinschwarz* vermittelt Abb. 313. Das Präparat wurde durch Reduktion von Platinchlorwasserstoffsäure in alkalischer Lösung durch Formalin hergestellt. Die mittlere Dicke der Strukturen liegt in der Größenordnung 10 bis 20  $m\mu$ . An einigen Stellen finden sich Feinheiten bis herab zu 5  $m\mu$ . Bemerkenswert ist der stark aufgelockerte Bau, der aus den zahlreichen Durchstrahlungsstellen im Bilde hervorgeht und der einen Zutritt der am Katalysator reagierenden Substanzen in das Innere des Katalysators zuläßt.

Ein weiteres *Platinschwarz von noch wesentlich feinerem Aufbau* zeigt Abb. 314. Der Katalysator dient in einem Rauchverzehrer zur Oxydation von Methylalkohol. Die Feinstrukturen dieses Objektes mit teilweise faserigem Charakter liegen zwischen etwa 3 und 10  $\mu$ . Einen Ausschnitt aus dem rechten Bildteil von Abb. 314 bringt Abb. 315. Hier ist an der herausragenden Spitze des Objektes ein eigentümlicher dunkler Schatten zu sehen, der nicht in Objektstrukturen, sondern in der abbildenden Methode seine Ursache hat. Da diese Erscheinung auch bei anderen Objekten mit in den Strahlengang hineinragenden Spitzen häufiger zu beobachten ist, soll sie kurz besprochen werden. Sie entsteht vorwiegend beim Arbeiten mit kleinen reellen Blenden und entsprechend kleinen beleuchteten Gesichtsfeldern. Sie ist verursacht durch starke elektrische Potentialfelder, die sich an den Spitzen bei solchen Objekten ausbilden, wo die

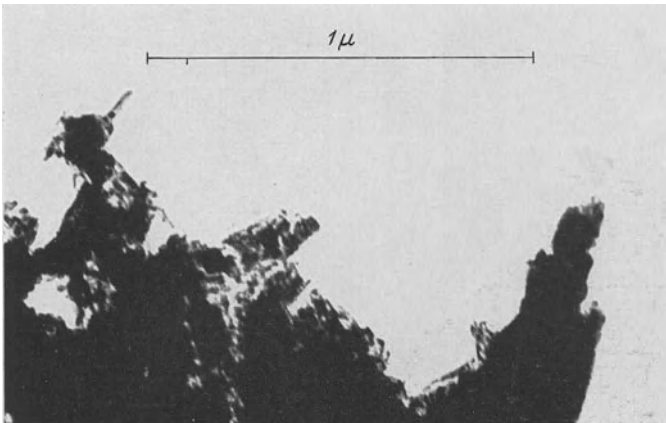


Abb. 314.

Abb. 314. Platinschwarz aus einem Rauchverzehrer. (Aufnahme v. ARDENNE.)



Abb. 315.

Abb. 315. Störung der Beleuchtung bei Objekten mit Spitzen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Sekundäremissionsverhältnisse zu wesentlichen Objektaufladungen führen. Die experimentelle Beobachtung ergibt, daß die Objektaufladung auf die Objektabbildung selbst kaum einen merkbaren Einfluß hat, denn die Objektstrukturen behalten ihre Lage und Form bei. Gestört wird lediglich die Beleuchtung des Objektes, und zwar um so mehr, je empfindlicher das ganze System gegen Verjustierungen ist. Je nach der Lage der Achse des beleuchtenden Strahlenganges zum Objekt kann die *Aufladestörung an Spitzen* Bildstörungen durch dunkle oder auch durch helle Zonen hervorrufen. Bei Objekten auf Folien liegen völlig andere Sekundäremissions- sowie Potentialverhältnisse vor, so daß bei Folienpräparaten Störungen der besprochenen Art, die sich jedoch fast stets durch Nachjustierung des Beleuchtungssystems ausschalten lassen, nicht vorkommen. Auch bei freitragend angeordneten Faserobjekten können unerwünschte *Objektbewegungen, Objektverformungen und sogar Objektschwingungen unter dem Einfluß der beleuchtenden Strahlung* durch elektrostatische Kräfte entstehen. Die praktische Erfahrung lehrt jedoch, daß in all diesen Fällen meist eine geringe Abschwächung der beleuchtenden Strahlung, z. B. durch Verlängerung der Brennweite der Kondensoroptik, genügt, um die Aufladestörung zu beseitigen. Spezielle Bedeutung gewinnt diese Störquelle bei der Aufnahme von Stereobildern, wo Verformungen und Verlagerungen von Objektstrukturen zu einem Mißlingen der Stereoaufnahmen führen.

Die Umrissse der Aggregate eines *Nickelkatalysators* vermittelt die Aufnahme Abb. 316. Das Präparat wurde durch Zersetzen von Nickeloxalat und Reduktion zu Nickel im Wasserstoffstrom bei 350° gewonnen. Die größeren Aggregate

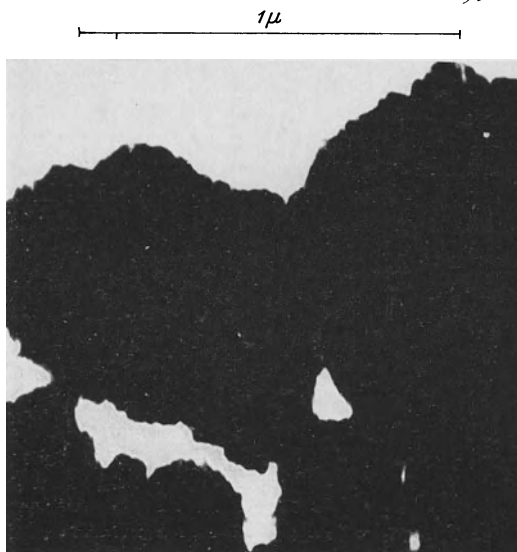


Abb. 316. Aggregate eines Nickelkatalysators. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

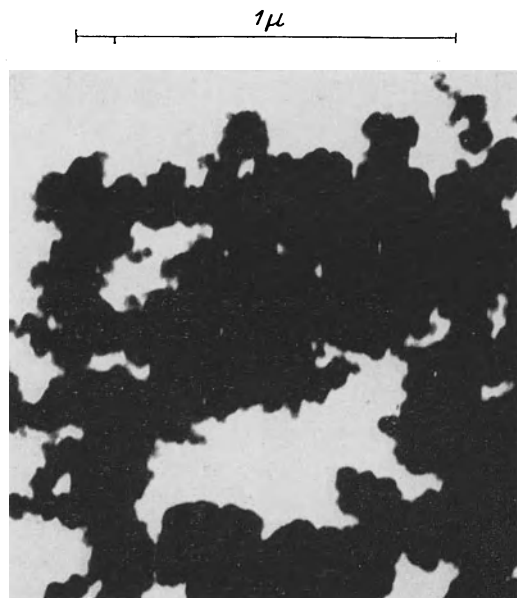


Abb. 317. Eisen-III-Oxyd durch photochemische Zersetzung von Eisenpentakarbonyl hergestellt. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

haben einen mittleren Durchmesser von  $1\mu$ . An diesem Beispiel ist sehr schön zu sehen, daß auch schon aus den Umrissen Rückschlüsse auf die Kristallitgröße gezogen werden können. Im Anschluß an frühere vergleichende Untersuchungen von D. BEISCHER<sup>1</sup> wurde von diesem Objekt auch eine Bestimmung der Kristallitgröße aus Röntgenbeugungsdiagrammen durchgeführt. Ein mittlerer Kristallitdurchmesser von  $0,1\mu$  ließ sich aus den Diagrammen abschätzen. Diese Abschätzung steht in leidlicher Übereinstimmung mit der durchschnittlichen Periode der Randkonturen dieser Abbildung.

Das Bild eines *Eisenoxydkatalysators*, der photochemisch aus Eisenpentakarbonyl hergestellt wurde, vermittelt Abb. 317. Wir sehen hier neben größeren Aggregaten mit  $0,1$  bis  $0,2\mu$  Durchmesser einzelne sehr viel feinere Bestandteile. Das gleiche Objekt, jedoch durch thermische Zersetzung bei 200° erhalten, zeigt das Titelbild des Buches und wurde schon im Zusammenhang mit den Metalloxydrauchen besprochen. In dieser früheren Aufnahme sind fast im ganzen Gesichtsfeld sehr feine Aggregate zu sehen, deren Durchmesser kaum größer ist als der röntgenographisch bestimmte Durchmesser der Primärkristallite (etwa  $2m\mu$ ) von derart hergestelltem  $\gamma$ -Eisenoxyd.

Eine Aufnahme von *Vanadinpentoxyd*, das ebenfalls als Katalysator, aber auch als Ultrafilter Verwendung findet, bringt Abb. 318. Sehr schön ist auf diesem Bilde die faserige Struktur

<sup>1</sup> BEISCHER, D.: Bestimmung der Kristallitgröße in Metall- und Metalloxydrauchen aus Röntgen- und Elektronenbeugungsdiagrammen und aus Elektronenmikroskopbildern. Z. Elektrochem. Bd. 44 (1938) S. 375.

dieses interessanten Objektes zu sehen. Die Bildschärfe leidet hier bereits etwas unter zu großer Objektschichtdicke.

Während die Feinstruktur der bisher besprochenen Katalysatoren mit dem heute gegebenen Auflösungsvermögen des Universal-Elektronenmikroskopes noch deutlich dargestellt werden konnte, liegt bei den folgenden drei Katalysatoren die Feinstruktur so nahe an der Grenze des Auflösungsvermögens, daß weitergehende Einzelheiten schwer erkennbar sind. Doch genügen die Aufnahmen schon, um den hochdispersen Bau dieser viel benutzten Präparate aufzuzeigen.

Abb. 319 gibt das Oberflächenbild eines *Aluminiumoxydgel* mit fadenförmigen Strukturen wieder. Die Fäden haben eine Dicke von etwa 3 bis 10  $\mu$ . Im Hinblick auf den bekannten Alterungsvorgang sei erwähnt, daß die Aufnahme nur etwa 24 h nach der Präparierung durchgeführt wurde.

Die äußerst feine Substanzaufteilung an der Oberfläche eines *Silikagels* bringt die Aufnahme Abb. 320. Hervorzuheben ist in Abb. 320 die auch auf verschiedenen anderen Bildern dieses Abschnittes sichtbar gewordene schwamm- und fadenartige Auflockerung der Substanzen, die sich zweifellos bis in das Innere der Präparate fortsetzt, jedoch im elektronenmikroskopischen Bilde infolge der begrenzten Durchdringungsfähigkeit der Elektronen nur in den Randpartien sichtbar wird. Die Durchmesser der feinsten Aufteilungen,

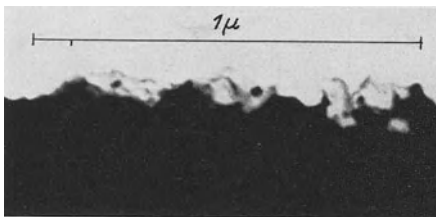


Abb. 319. Aluminiumoxydgel mit fadenförmigen Strukturen an den Randpartien. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

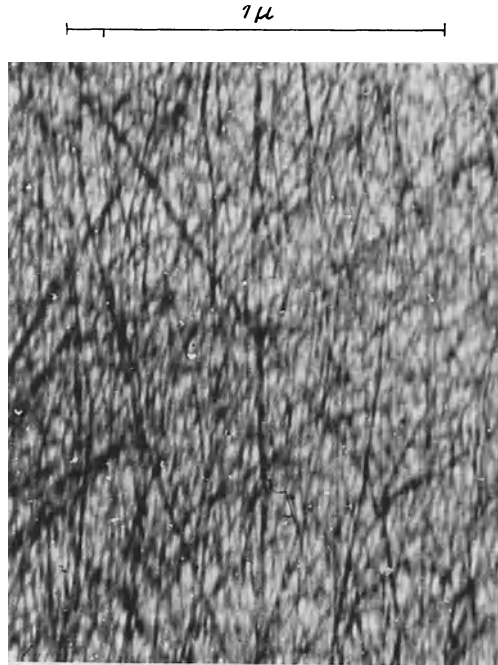


Abb. 318. Vanadinpentoxyd. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

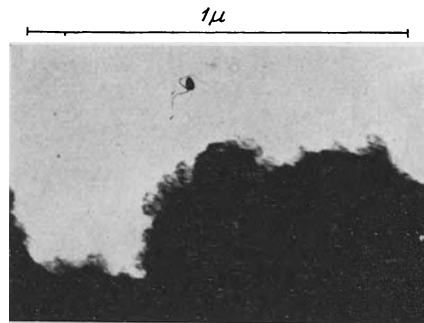


Abb. 320. Silikagel mit äußerst feiner Substanzaufteilung. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

die auf dem Original dieses Bildes erkennbar sind, liegen bei etwa 3 bis 5  $\mu$ . ANDERSON hat 1914 den Porendurchmesser bei einem Kieselsäuregel zu 5  $\mu$  durch Bestimmung des Druckes von absorbierten Substanzen ermittelt. Dieser Dispersitätsgrad steht in guter Übereinstimmung mit den hier unmittelbar sichtbar gewordenen Aufteilungen.

Auf weiteren, hier nicht wiedergegebenen Bildern wurden die Oberflächen von *technischem Silikagel* und von einem *Alkogel*, in dem das Wasser durch Alkohol ersetzt war, beobachtet.

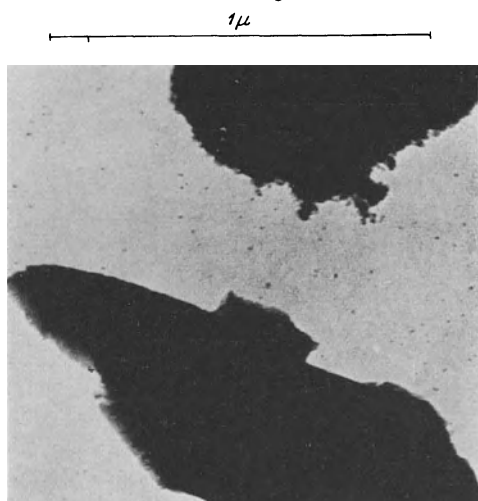


Abb. 321. Aktivkohle.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

Während bei dem technischen Silikagel eine äußerst feine Aufteilung festzustellen war, zeigten sich bei dem Alkogel vielfach  $0,1\ \mu$  lange fadenartige Gebilde.

Ebenso wie die Präparate Abb. 319 und Abb. 320 dient die in Abb. 321 aufgenommene *aktive Kohle* nicht nur als Katalysator, sondern bekanntlich auch zu Adsorptionszwecken und als *Träger* für mannigfache Katalysatoren. Die Substanzaufteilung der aktiven Kohle, die in den Randpartien der Abb. 321 ersichtlich ist, hat ähnlichen Charakter wie die Aufteilung bei den zuvor besprochenen Gelen.

Aus der großen Gruppe der Katalysatoren, die auf Trägersubstanzen

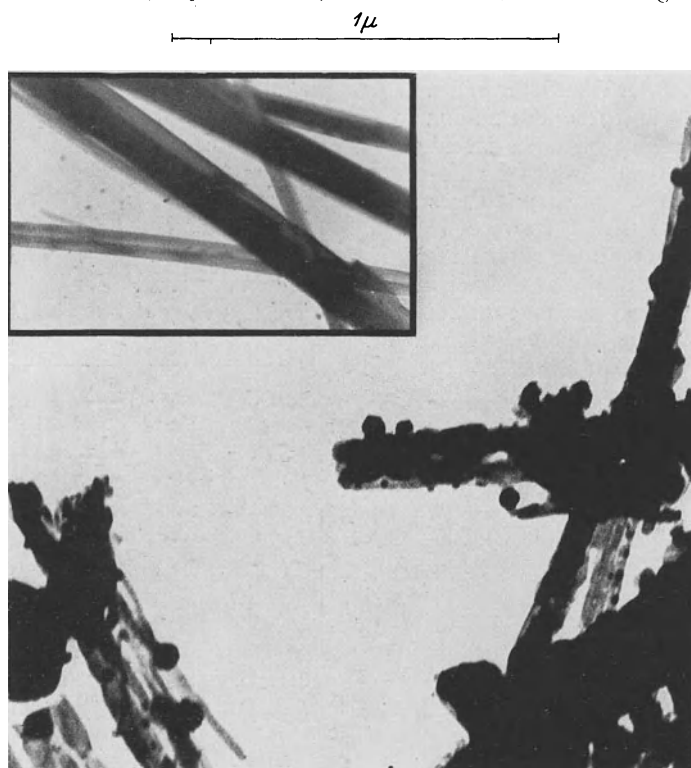


Abb. 322. Benutzter Palladiumasbestkatalysator. Links oben unbelegte Asbestlamellen in gleicher Vergrößerung.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

aufgebracht sind, soll hier nur als Beispiel *Palladiumasbest* herausgegriffen werden. Ein Palladiumasbestkatalysator, der einige Stunden zur katalytischen

Verbrennung von Wasserstoff mit Sauerstoff bei  $400^{\circ}$  benutzt worden war, ist in Abb. 322 dargestellt. Links oben sind im gleichen Vergrößerungsmaßstabe

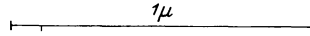


Abb. 323. Unbenutzter Palladiumasbestkatalysator. In dieser Abbildung ist der überwiegende Teil des ganzen Gesichtsfeldes wiedergegeben. Man erkennt das relativ zur Bildscharfe außerordentlich große Gesichtsfeld.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

Asbestbänder ohne Palladiumbelegung abgebildet. Deutlich ist die Aufrauung der Asbestfasern durch die Benutzung (Wasseraustritt) zu sehen. Das Palladium



ist auf den Fasern in Form von kristallinen Teilchen niedergeschlagen, wobei die Teilchengröße zwischen etwa 7 und 100  $\mu$  schwankt. Ein Vergleich mit dem in Abb. 323 wiedergegebenen unbenutzten Palladiumasbestkatalysator zeigt, daß an den Palladiumteilchen durch die Benutzung keine wesentlichen Strukturänderungen erkennbar sind. Zugleich möge die Aufnahme Abb. 323 dazu dienen, um das relativ zur Bildschärfe außerordentlich große Gesichtsfeld der mit dem Universal-Elektronenmikroskop erhaltenen Bilder aufzuzeigen.

Die *Stereoaufnahme von unbenutztem Palladiumasbest* ist an dritter Stelle auf der am Buchende eingehafteten photographischen Tafel gebracht. Dieses Bild enthüllte die aus den bisher gezeigten einfachen Asbestaufnahmen nicht erkennbare und äußerst überraschende Tatsache, daß Asbest aus feinsten (zum Teil nur 3  $\mu$  dicken) Bändern besteht, die sich vielfach aufspalten. Verschiedene physikalische Eigenschaften des Asbests finden durch dieses Raumbild ihre Erklärung. Auch die räumliche Anordnung der Palladiumteilchen auf und zwischen den Asbestbändern ist auf dieser Stereoaufnahme sehr schön zu sehen.

Die elektronenmikroskopische Methode, vor allem in Verbindung mit dem Stereoverfahren vermittelt auf dem Gebiete der *Mehrstoffkatalysatoren* ebenfalls wertvolle Einblicke, deren Besprechung in diesem Rahmen jedoch zu weit führen würde.

### e) Hochpolymere organische Verbindungen.

Die physikalische Eigenschaften, insbesondere die Festigkeit und Elastizität von *hochmolekularen Faserstoffen*, wie z. B. Zellulose und ihren Derivaten, hängen nicht nur von den chemischen Eigenschaften und der Größe der an ihrem Aufbau beteiligten Makromoleküle ab, sondern sind auch wesentlich bestimmt durch die Art der Zusammenlagerung der Fadenmoleküle zu kristallinen bzw. amorphen Primäraggregaten (Fibrillen, Mizellen) und deren Größe und Anordnung in der festen Substanz. Über die Größe und Anordnung der kristallinen Bereiche in solchen Substanzen können röntgenographische Untersuchungen Aufschluß geben. Da diese Methoden jedoch gewissen Beschränkungen unterliegen und da die Mikrostruktur von hochmolekularen Stoffen teilweise auch durch amorphe Gebiete bestimmt sein kann, hat für diese morphologischen Untersuchungen das Elektronenmikroskop größte Bedeutung.

Um den Anschluß an lichtmikroskopische Untersuchungen, die auf diesem Gebiete vorliegen, herzustellen, wurden in einer neueren Arbeit<sup>1</sup> zunächst die Mikrostrukturen untersucht, die STAUDINGER und Mitarbeiter<sup>2</sup> bei der mechanischen Verformung und dem chemischen Angriff von  $\beta$ -Polyoxymethylenkristallen beobachtet haben. Die zitierte elektronenmikroskopische Veröffentlichung bildet zugleich die Grundlage für den ersten Teil dieses Abschnittes.

Die physikalischen und chemischen Eigenschaften der  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalle sind weitgehend denjenigen Eigenschaften ähnlich, die kristalline Bereiche in Zellulose zeigen müssen, und haben daher für die Aufklärung der Struktur dieses Faserstoffes großes Interesse<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v. u. D. BEISCHER: Untersuchung des Feinbaues hochmolekularer Stoffe mit dem Universal-Elektronenmikroskop. 1. Mitt.: Der Aufbau von  $\beta$ -Polyoxymethylenkristallen. Z. phys. Chem. Abt. B Bd. 45 (1940) Heft 6 S. 465.

<sup>2</sup> STAUDINGER, H., M. STAUDINGER u. E. SAUTER: Mikroskopische Untersuchungen an synthetischen hochmolekularen Stoffen. Z. phys. Chem. Abt. B Bd. 37 (1937) S. 403.

<sup>3</sup> Vgl. die eingehende Untersuchung von H. STAUDINGER und Mitarbeiter über Polyoxymethylen als Modells substanz der Zellulose in H. STAUDINGER: Die hochmolekularen organischen Verbindungen (1932) und in späteren Arbeiten, die in der vorausgegangenen Literaturstelle zitiert sind.

Das Ausgangsmaterial für die nachfolgend referierten Untersuchungen wurde durch Polymerisation von Formaldehyd mit konzentrierter Schwefelsäure erhalten<sup>1</sup>. In der zitierten Arbeit zeigen STAUDINGER und Mitarbeiter,

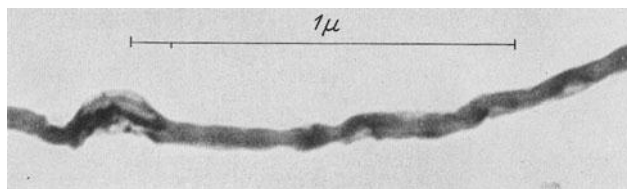


Abb. 324. Elektronenbild einer Einzelfibrille aus einem durch Druck zerstörten  $\beta$ -Polyoxymethylenkristall. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

wie durch Druckwirkungen eine fibrilläre Aufspaltung der  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalle eintritt. Die durch lichtmikroskopische Beobachtung festgestellten

Durchmesser der Fibrillen liegen in der Größenordnung von 200 bis 600  $m\mu$ . Der kleinste beobachtete Durchmesser liegt also an der Grenze des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskopes. In diesem Zusammenhang ist interessant, daß bei dem elektronenmikroskopisch aufgenommenen Bilde Abb. 324 einer durch Druckzerstörung erhaltenen Fibrille ein Fibrillendurchmesser von 40 bis 70  $m\mu$  gegeben ist. An einer stärker mechanisch beanspruchten Stelle tritt noch eine weitere Aufspaltung der Fibrille ein. Die Ausmessung der Aufnahme läßt erkennen, daß die an dieser Stelle sichtbaren Einzelfäden bis auf Durchmesser von 5 bis 10  $m\mu$  heruntergehen. Es sind also nicht die an der mikroskopischen Sichtbarkeitsgrenze liegenden Fibrillen die kleinsten Aggregationsformen, sondern Bündel von Fadenmolekülen mit 5 bis 10  $m\mu$  Durchmesser. Diese Einsicht wird auch durch den weiter unten behandelten Laugenabbau der Kristalle bestätigt.

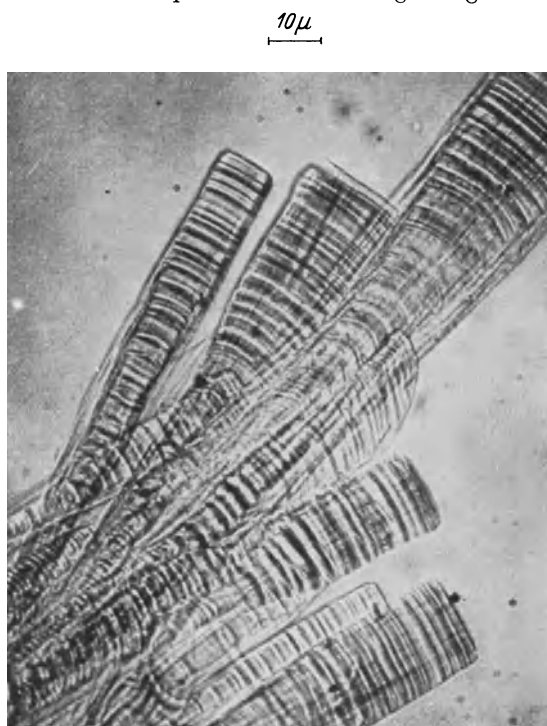


Abb. 325. Lichtmikroskopisches Bild von  $\beta$ -Polyoxymethylenkristallen, mit 2,5 n-NaOH abgebaut. Magnesiumlichtaufnahme in Glycerin. (Aufnahme STAUDINGER-SAUTER.)

Während STAUDINGER und Mitarbeiter bei der lichtmikroskopischen Untersuchung keine Querstruktur der Fibrille beobachten konnten, enthält das Elektronenbild Abb. 324 periodische Dichteunterschiede längs der Faser, die zum Teil mit einer entsprechenden Periode der äußeren Umrandung einher-

<sup>1</sup> SAUTER, E.: Z. phys. Chem. Abt. B Bd. 18 (1932) S. 421, dort frühere Literatur.

gehen. Eine Druckaufspaltung der Fibrillen senkrecht zur Faserachse wurde jedoch nicht beobachtet.

Aus der schon mehrfach erwähnten Arbeit von STAUDINGER und Mitarbeiter ist die lichtmikroskopisch gewonnene Abb. 325 entnommen. Dieses Bild zeigt die Struktur, die bei der Einwirkung von 2,5 n-Natronlauge auf  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalle entsteht. Durch einen periodischen Wachstumsprozeß sind offensichtlich die Fibrillen in dem Kristall so angeordnet, daß sie zu Bündeln annähernd gleicher Periode zusammengefaßt sind. Da durch die Lauge nur



Abb. 326. Elektronenbild des Randbereiches eines  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalls, mit 2,5 n-Natronlauge abgebaut. Die einzelnen Fibrillen, die die Segmente in dem angeätzten Kristall zusammenhalten, sind deutlich sichtbar. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

die endständigen OH-Gruppen der Polyoxymethylendihydrat-Fadenmoleküle in den Fibrillen angegriffen werden, zeichnet sich schon im lichtmikroskopischen Bilde die Periode der Fadenmoleküllänge als Querstreifung des Kristalles ab. Sie wurde von H. STAUDINGER zu  $0,36 \mu$  lichtmikroskopisch bestimmt, jedoch mit der Einschränkung, daß die Werte an der Grenze des Auflösungsvermögens liegen und daher Schlüsse auf den Polymerisationsgrad und das Molekulargewicht (56000) des  $\beta$ -Polyoxymethylendihydrates nur bedingt zulässig sind.

Eine Wabenperiode, die mit  $0,36 \mu$  vorzüglich mit der entsprechenden Periode in Abb. 325 übereinstimmt, ist auf der elektronenmikroskopischen Aufnahme Abb. 326 eines mit 2,5 n-Natronlauge 3 h lang geätzten  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalles zu sehen. Da das vorliegende Bild mit einem Auflösungsvermögen gewonnen ist, das in Bereichen dünnerer Objektschichtdicke fast zwei Größenordnungen über dem Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes liegt, bestätigen sich die schon oben erwähnten STAUDINGERSCHEN Bestimmungen des Polymerisationsgrades aus der Ätzperiode.

Darüber hinaus bestätigt die Elektronenaufnahme auch die weitere Auffassung STAUDINGERS, daß einzelne Fibrillen mit gegen die Wabenperiode versetzter Periode den Kristall in Längsrichtung durchsetzen und somit den Zusammenhalt angeätzter Kristalle bewirken. Wir sehen schon aus den Unregelmäßigkeiten der Wabenstruktur, daß die Periode der Einzelfibrillen nicht völlig regelmäßig mit der Durchschnittsperiode zusammenfällt. Die feinsten, in den Wabenöffnungen wahrnehmbaren Fibrillen, die den Kristall in Achsenrichtung durchziehen, haben wieder Durchmesser von etwa 5 bis 10  $m\mu$ , das heißt Durch-

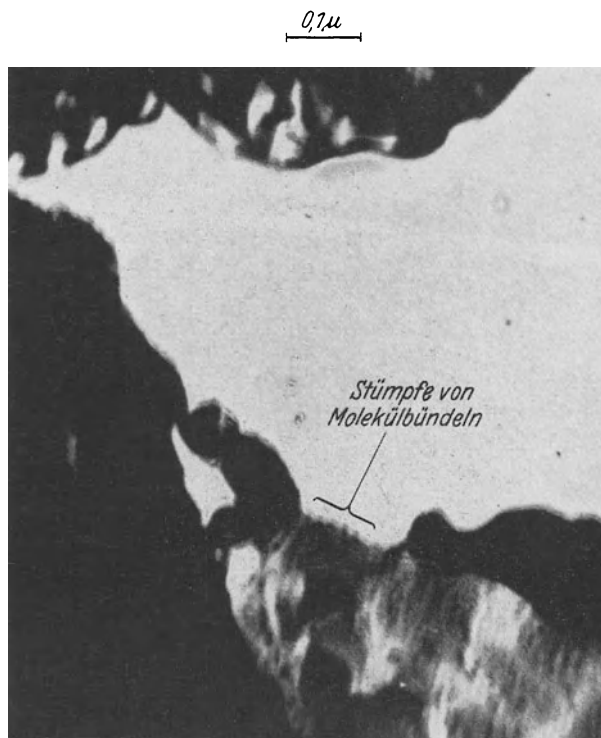


Abb. 327. Stark angeätzte  $\beta$ -Polyoxymethylenkristalle, mit in der Bildmitte sichtbaren periodisch angeordneten Stümpfen von Molekülbündeln. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat BEISCHER.)

messer von einer Größe, die auch in den durch Druckzerstörung erhaltenen Fibrillen beobachtet wurde. Dieser weitgehende Einblick in den morphologischen Aufbau eines kristallisierten hochpolymeren Stoffes kann vielleicht auch Aufschlüsse über die sehr komplizierten Wachstumsvorgänge geben, die sich bei der Bildung dieser Stoffe abspielen. Das Kristallwachstum ist in diesem Fall dadurch charakterisiert, daß sich der Kristall nicht aus fertig gebildeten Molekülen aufbaut, sondern es erfolgt mit dem Aufbau der Hauptvalenzkette der Fadenmoleküle auch gleichzeitig die räumliche Anordnung der wachsenden Moleküle in Molekülpaketen von 5 bis 10  $m\mu$  und in Fibrillen von 40 bis 60  $m\mu$  Durchmesser.

Ein Objekt, das nach 12stündiger Abbaizeit mit 2,5 n-Natronlauge untersucht wurde, zeigt Abb. 327. In der Mitte des Bildes sehen wir am Ende einer Faser die Stümpfe von Molekülbündeln, die mit einer außerordentlich regelmäßigen Periode von 15  $m\mu$  nebeneinander liegen. Die Stümpfe liegen am Ende einer offenbar ziemlich dünnen Fibrille und werden daher nicht durch darüber

und darunter liegende Objektpartien verdeckt. Schon dicht neben dieser Objektstelle, im Bilde rechts, sind wesentlich größere Objektdicken gegeben, und

1 $\mu$

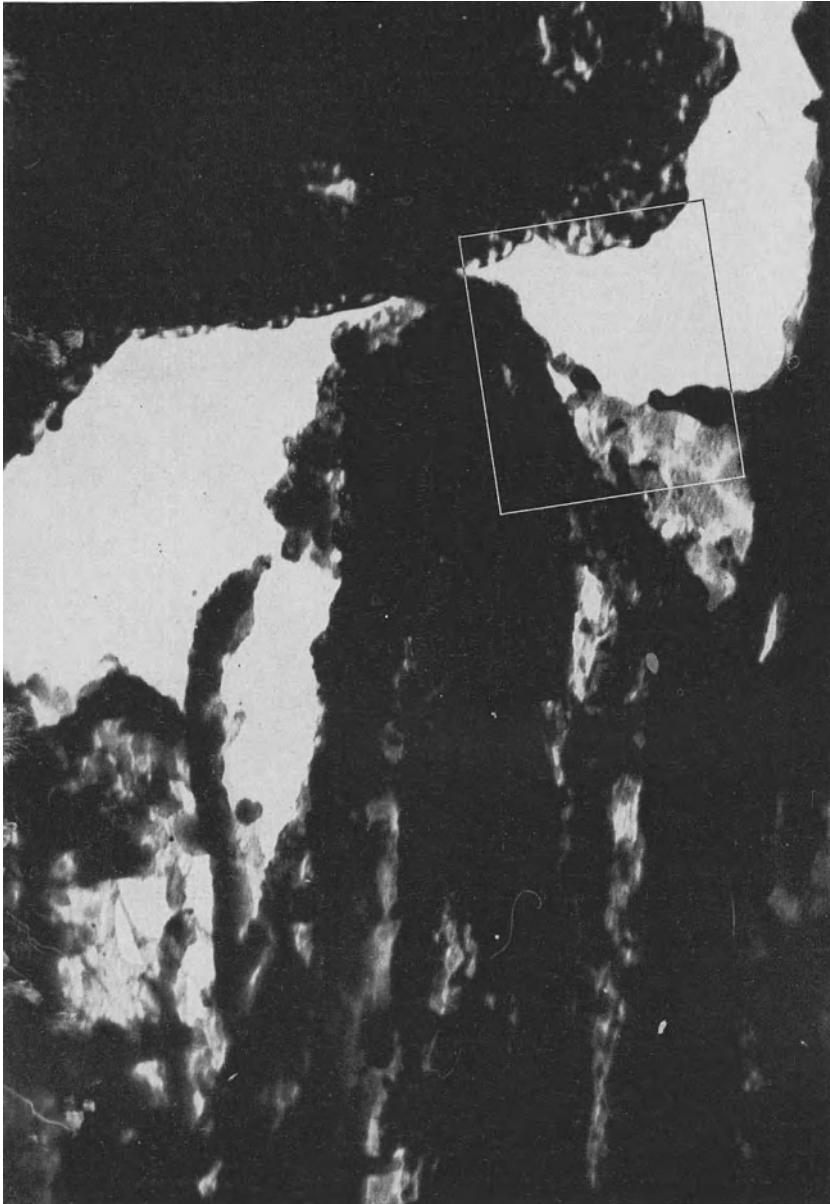
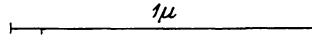


Abb. 328. Das ganze Gesichtsfeld der vorausgehenden Aufnahme.

wir sehen hier an Stelle des wohl definierten Kammes nur einen Saum. Die Größe des Durchmessers der an den Stümpfen beobachteten Molekülbündel ergab bei den aus röntgenographischen Untersuchungen bekannten Abmessungen

des Querschnittes eines Fadenmoleküles, daß hier ungefähr einige Hundert Einzelmoleküle gebündelt sein müssen. Interessant ist, daß bei einem analog hergestellten Präparat von *Zellulose* (Ramiefaser) Stümpfe von Molekülbündeln mit einer Periode von ebenfalls  $15 \text{ m}\mu$  photographiert werden konnten. — Die Aufnahme Abb. 327 ist nur ein kleiner, optisch nachvergrößerter Ausschnitt aus der Partie oben rechts des Übersichtsbildes Abb. 328. Auch das letztere ist in diesem Zusammenhange gebracht, um zu zeigen, wie sehr es



Abb. 329. Dunkelfeldbild eines feinen Endfadens von  $\beta$ -Polyoxymethylen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

bei der Auswertung elektronenmikroskopischer Bilder darauf ankommt, auch die feinsten Einzelheiten großer Gesichtsfelder aufmerksam zu betrachten. — Wir sehen bauliche Feinheiten auf den hier gezeigten Bildern nur in solchen Objektzonen, wo zufällig eine geringe Massendicke besteht. Das Ziel der übermikroskopischen Präpariertechnik muß es jedoch sein, systematisch günstige Schichtdicken herbeizuführen. Als geeigneten Weg hierfür sei auf die oben besprochene Keilschnittmethode verwiesen.

Hervorragend geeignet zur Untersuchung dünnster Fäden und schließlich auch feinsten Aufspaltungen an Fadenenden ist die Abbildung im Dunkelfeld.

Das Dunkelfeldbild eines feinen Endfadens von ungeätztem Polyoxymethylen bringt Abb. 329. Auch auf diesem Bilde ist wieder die knollige Struktur zu sehen, die schon in Abb. 324 aufgefallen war. Ein Beispiel von fadenartigen Gebilden an der Oberfläche zerrissener Zellstoffwatte zeigt Abb. 330.

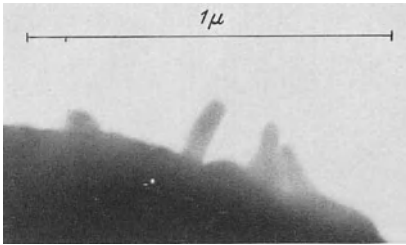


Abb. 330. Oberflächenpartie von Zellstoffwatte (zerrissen). (Aufnahme v. ARDENNE.)

Von dem aus den gleichen Grundmolekülen wie Zellulose aufgebauten *Glykogen* konnten die kugelförmigen Einzelteilchen dieses Molekülkolloides vom Verfasser aufgenommen werden (Bildcharakter ähnlich wie in Abb. 268). Sehr merkwürdige Formen finden sich auf der Abb. 331. Hier wurde *Schellack* zunächst in Alkohol gelöst und dann in Wasser durchgeflockt. Wir sehen eigenartige abgerundete Ansätze und Kugeln, die in Vakuolen hineinpassen, die an anderer Stelle des gleichen Objektes sichtbar sind. Ein anderer Ausschnitt der gleichen Schellackflocke ist in Abb. 332 wiedergegeben. An dieser zufällig dünneren Stelle sind etwa 130 m $\mu$  große unscharfe kugelige Gebilde zu erkennen.

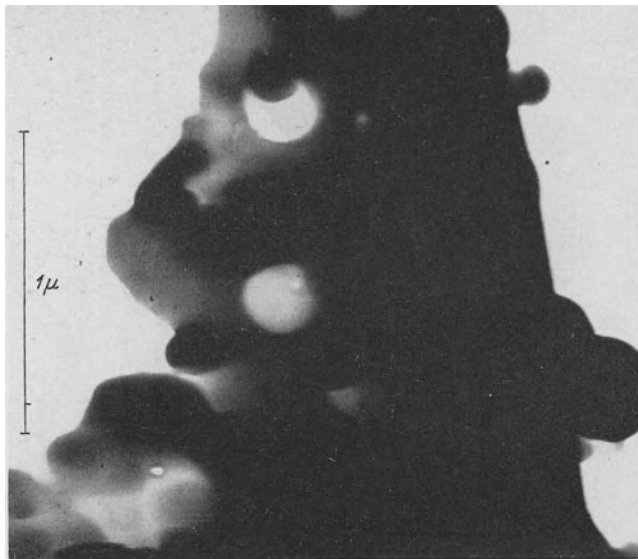


Abb. 331. Schellackflocke mit eigenartigen Ansätzen und Vakuolen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Unter den hochpolymeren organischen Naturstoffen hat der *Kautschuk* eine ganz besonders große wirtschaftliche Bedeutung. Schon der erste umfassende Einsatz<sup>1</sup> der elektronenmikroskopischen Methode ließ erkennen, daß sie auf den verschiedenen Gebieten der Kautschuktechnologie überraschend weitgehende Einblicke in den Aufbau dieser Systeme zu vermitteln vermag.

Ein Elektronenbild von *Kautschuk-Latextröpfchen*, die auf einer ursprünglich elektronenoptisch völlig klaren Kollodiumfolie aufgetrocknet worden sind, zeigt

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v. u. D. BEISCHER: Untersuchung des Feinbaues hochmolekularer Stoffe mit dem Universal-Elektronenmikroskop. 2. Mitt. Zur Morphologie von Kautschuk und Buna. Z. Kautschuk Bd. 16 (1940), im Druck.

oben links Abb. 333. Die Latextröpfchen entstammen einer 60%igen Latexlösung, die vor dem Aufbringen auf die Folie mit Wasser verdünnt wurde. Der Tröpfchendurchmesser selbst liegt hier zwischen etwa  $0,5$  und  $1 \mu$ , so daß dieselben auch lichtmikroskopisch noch gut wahrnehmbar sind. In Ergänzung der lichtmikroskopischen Untersuchungen sei die Tatsache hervorgehoben, daß bei dem untersuchten Material Tröpfchenabmessungen, die unterhalb des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskopes liegen, nicht beachtet worden sind. Auffallend ist die Begrenzung der Latextröpfchen, die nach Erfahrungen mit stereo-elektronenmikroskopischer Untersuchung ähnlicher Objekte darauf zurückzuführen ist, daß auf der Objektträgerfolie etwas Tröpfchensubstanz verlaufen ist. Möglicherweise entspricht die so verlaufene Kontur dem sog. „Schweif“ der lichtmikroskopischen Beobachtung. Neben den Latextröpfchen, deren Inneres bei den benutzten Voltgeschwindigkeiten der Elektronen von  $60$  bis  $70$  kV noch nicht ausreichend durchdrungen wird, finden wir auf der Folie fein verteilte Partikel von  $10$  bis  $20 m\mu$  Durchmesser verschiedenster Dichte, sowie häutchenförmige Rückstände. Da die Latexmilch eine Reihe anderer Bestandteile, wie Eiweiß, Zucker, Harze, Gerbstoffe, Mineralsalze und Alkaloide, enthält, müssen diese Partikel den aufgezählten Bestandteilen zugeordnet werden.

*Perbunan-Latextröpfchen*, die unter Verdünnen von 30%igem Latex mit Wasser (1:1000) in gleicher Weise wie die Naturkautschuk-Latextröpfchen oben präpariert worden sind, bringt das Elektronenbild Abb. 333 oben rechts. Im Vergleich zu dem Naturkautschuk-Latexbild fallen die wesentlich *kleineren Abmessungen der Einzeltröpfchen* auf. Ihre Durchmesser schwanken zwischen etwa  $10$  und  $100 m\mu$ . Es besteht jedoch, wie eine bei größerem Gesichtsfeld gewonnene Durchmesserverteilungskurve erkennen läßt, ein ausgeprägtes Maximum bei  $50 m\mu$ . Die Teilchen liegen also durchweg unterhalb des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskopes. Interessant ist in diesem Zusammenhang, daß bei einer ultramikroskopischen Untersuchung desselben Latexpräparates sich ein mittlerer Teilchendurchmesser von  $0,2 \mu$  ergab. Meßergebnis und Elektronenbild zeigen, daß mit der ultramikroskopischen Methode nicht die Größe der Einzelteilchen, sondern der mittlere Durchmesser der Aggregate bestimmt wird. Es ist zu vermuten, daß in einer früheren ultramikroskopischen Ausmessung der mittleren Teilchengröße von Buna-Latex durch WINTGEN<sup>1</sup> nicht die Abmessungen der Einzelteilchen, sondern ebenfalls die Aggregatgrößen erfaßt worden sind. Charakteristisch ist weiterhin auf dem Elektronenbilde der die Einzelteilchen umgebende *Hof*. Da bei Objekten mit kugelförmiger Gestalt und gleichbleibender Dichte die den Schwärzungswert bestimmende *Massendicke*, erst unmittelbar am Rande der Kugelobjekte schnell abfällt, sind

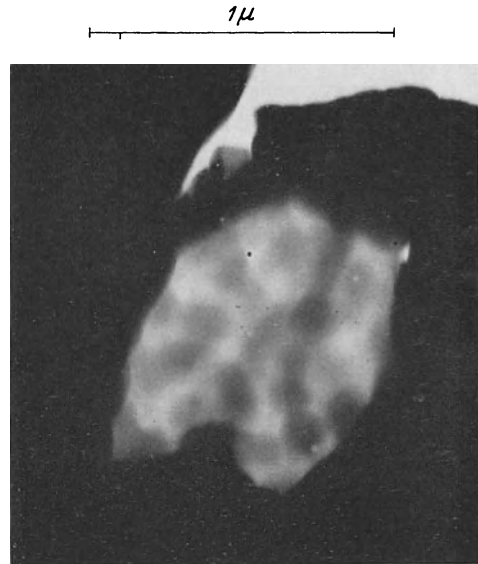


Abb. 332. Dünnere Stelle einer Schellackflocke mit etwa  $130 m\mu$  großen kugligen Gebilden. (Aufnahme v. ARDENNE.)

<sup>1</sup> BÄCHLE, O.: Über die Eigenschaften von Buna-Latex. Kautschuk Bd. 13 (1937) S. 174.



solche Objekte auf Elektronenbildern stets scharf begrenzt. Ein Hof kann daher nur erscheinen durch Umhüllung der gesamten Kugeloberfläche mit

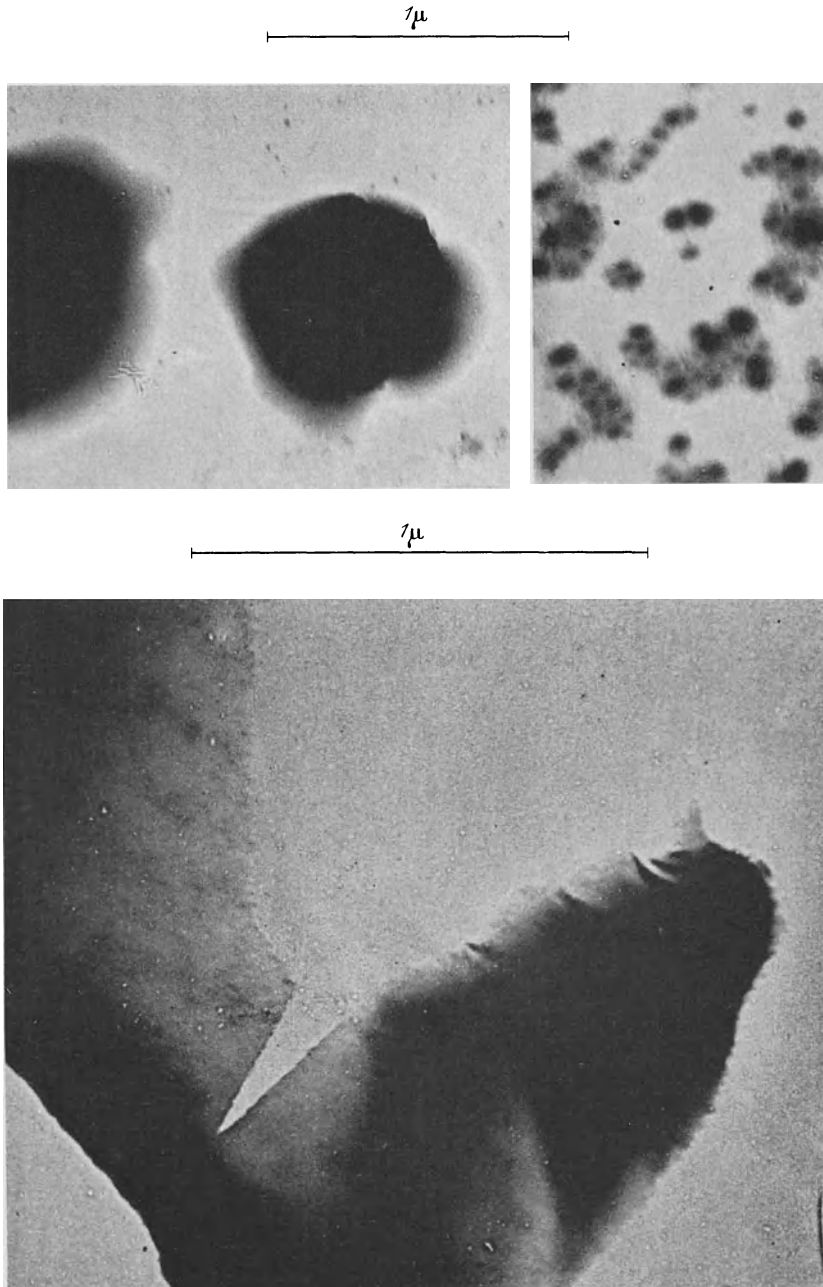


Abb. 333. Zur Morphologie von Kautschuk und Buna. Tröpfchen von Kautschuk-Latex (oben links). Tröpfchen von Buna-Latex, die zum Teil zu Aggregaten zusammen getreten sind (oben rechts). Gerissener Kautschukfilm (unten) mit keilförmiger ausgefranster Schneide, die am Rande in Schichtdicken molekularer Dimensionen ausläuft. (Aufnahmen v. ARDENNE, Präparate BEISCHER.)

Substanzen geringerer Dichte oder durch auf die Unterlage ausgeflossene Substanz, also durch Entstehen eines Objektprofiles, das von einem Kugelschnitt

stark abweicht. Wahrscheinlich erklärt sich der Hof hier als Umhüllung der Teilchen mit einem seifenähnlichen Emulgator, der der Lösung bei der Herstellung zugesetzt wird. — Da dem Serum des Buna-Latex außer diesem Emulgator keine weiteren Substanzen hinzugefügt werden, sind neben den Tröpfchen auf der Objektträgerfolie keinerlei Fremdpartikel zu erkennen.

In den kleinsten Teilchen von  $10 \mu$  Durchmesser können nur wenige Fadenmoleküle knäuelartig aufgewickelt vorhanden sein. Bei einer angenommenen Moleküllänge von  $200 \mu$  sind es z. B. nur etwa 10 Fadenmoleküle. Für die Bildung der Polymerisationsprodukte sind die festgestellten geringen Abmessungen der Tröpfchen von entscheidender Bedeutung, da bei der Emulsionspolymerisation die Zusammenlagerung der Grundmoleküle zu fadenförmigen Gebilden durch Aktivierung in der Grenzschicht zwischen Substrat und Wasser erfolgt. Auch der hier *maßgebende Oberflächenwert* kann aus den elektronenmikroskopisch ermittelten Tröpfchenabmessungen leicht hergeleitet werden. Man erhält z. B. bei  $25 \mu$  Teilchenradius eine Oberfläche von  $150 \text{ m}^2$  pro Gramm Substanz.

Da auch Bilder anderer Buna-Latices und Kunststoffemulsionen jeweils ganz charakteristische Formen zeigen, dürften elektronenmikroskopische Aufnahmen sowohl für die Beurteilung der Dispergierungsmethoden als auch bei der Weiterverarbeitung der Emulsionen sehr große Bedeutung erlangen.

Um einen Überblick über das Aussehen der Feinstrukturen zu erhalten, die ungefüllter Kautschuk unter verschiedenen technischen Bedingungen zeigt, wurden eine Reihe von Präparaten und Elektronenaufnahmen angefertigt, von denen im folgenden einige besprochen werden sollen.

Ein außerordentlich interessantes Elektronenbild ist die untere Aufnahme in Abb. 333. Hier ist der Kautschukfilm gerissen und eine keilartig verlaufende Schneide übrig geblieben, die am Rande in Schichtdicken molekularer Dimensionen ausläuft. Deutlich sind besonders in der linken Randzone Ausfransungen sichtbar, deren Abmessungen zum Teil bis zu  $2,5 \mu$  herabreichen. Wahrscheinlich handelt es sich hier um *gebündelte Fadenmoleküle*, da die Dicke der Kautschuk-Fadenmoleküle noch unterhalb des heutigen Erkennungsvermögens des Instrumentes liegt.

Sehr charakteristische Gebilde, die große Ähnlichkeit mit der äußeren Gestalt von in Abb. 394 elektronenmikroskopisch untersuchten Chromosomensträngen aufweisen, werden durch Ausziehen von Fäden aus einer Lösung von Kautschuk in Benzol erhalten.

Elektronenmikroskopisch durchsichtige und *strukturlose Filme* lassen sich durch Spreiten einer Lösung von Kautschuk in Benzol auf Wasser in derselben Art erzielen, wie Kollodium-Objektträgerhäutchen hergestellt werden.

Abb. 334A bringt das Bild einer teilweise *zerrissenen nichtvulkanisierten Gummifolie*. Auf dem Original sind deutlich dunkle, etwa  $15 \mu$  dicke Striche wahrzunehmen, die in die gedehnten Fäden hineinlaufen. Eine eigenartige Randstruktur, die zunächst kaum erkennbar war, ist auf dem vergrößerten Ausschnitt Abb. 334B zu sehen. Auch dieses Bild soll als Beispiel dafür dienen, wie sehr es bei der Auswertung elektronenmikroskopischer Bilder darauf ankommt, das ganze Gesichtsfeld der Aufnahme genau und systematisch zu untersuchen. Sehr oft liegen gerade interessante Einzelheiten an der Erkennbarkeitsgrenze.

Im Gegensatz zu Häutchen aus Benzollösung zeigen Kautschukfilme, die aus Latex gewonnen werden, ein wolkiges und in gedehntem Zustande streifenförmiges Aussehen. Charakteristische Bilder hierzu zeigt die weiter unten besprochene Abb. 335. Die Kautschukhäutchen wurden bei ihnen hergestellt<sup>1</sup>

<sup>1</sup> BEISCHER, D. u. F. KRAUSE: Das Elektronenmikroskop in der Kolloidchemie. Z. angew. Chem. Bd. 51 (1938) S. 331.

durch Ausstreichen einer sehr dünnen Schicht von Latex auf einem lichtmikroskopischen Glasobjektträger. Der letztere wurde bei dem gedehnten Präparat dann auseinander geschnitten und der Kautschukfilm durch Auseinanderziehen

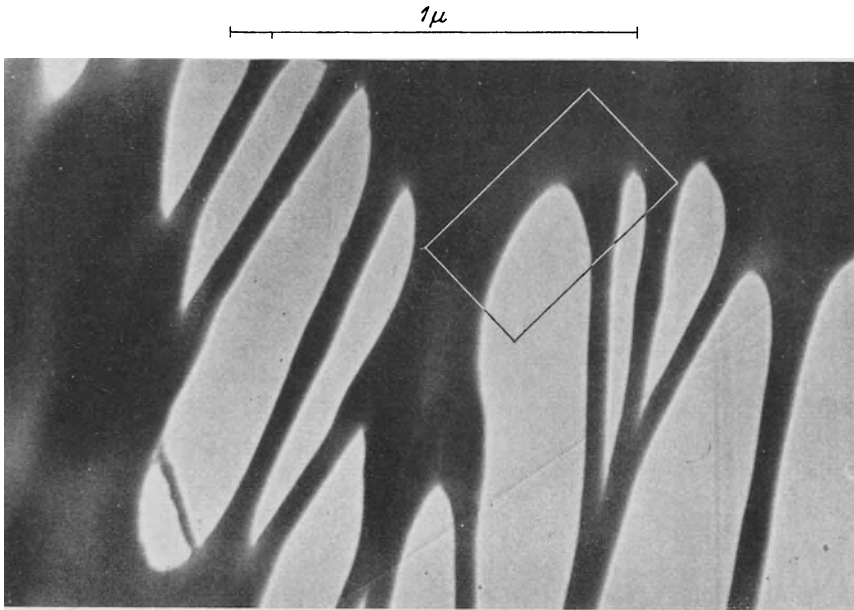


Abb. 334 A. Gestreckte, zerrissene und nicht vulkanisierte Gummifolie. (Aufnahme v. ARDENNE.)

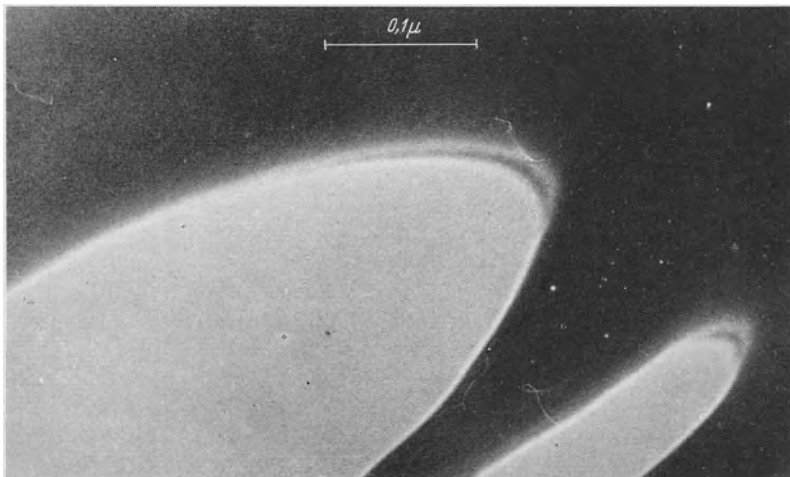


Abb. 334 B. Hochvergrößerter Ausschnitt.

der Glasbruchstücke gestreckt und in diesem Zustand mit Hilfe eines über den Objektträger gezogenen Ringes festgehalten und untersucht.

Unter den *Füllstoffen*, die dem Kautschuk zur Erhöhung seiner mechanischen Festigkeit zugesetzt werden, spielen die *Ruße* eine hervorragende Rolle. Bei Arbeiten von WIEGAND<sup>1</sup> wurde die Aufmerksamkeit auf den Zusammenhang

<sup>1</sup> WIEGAND: Indian Rubber J. Bd. 60 (1920) S. 423.

zwischen der Festigkeit von rußhaltigen Vulkanisaten und dem Feinheitsgrad, sowie der Homogenität der zugesetzten Rußpräparate gelenkt. Nach Unter-

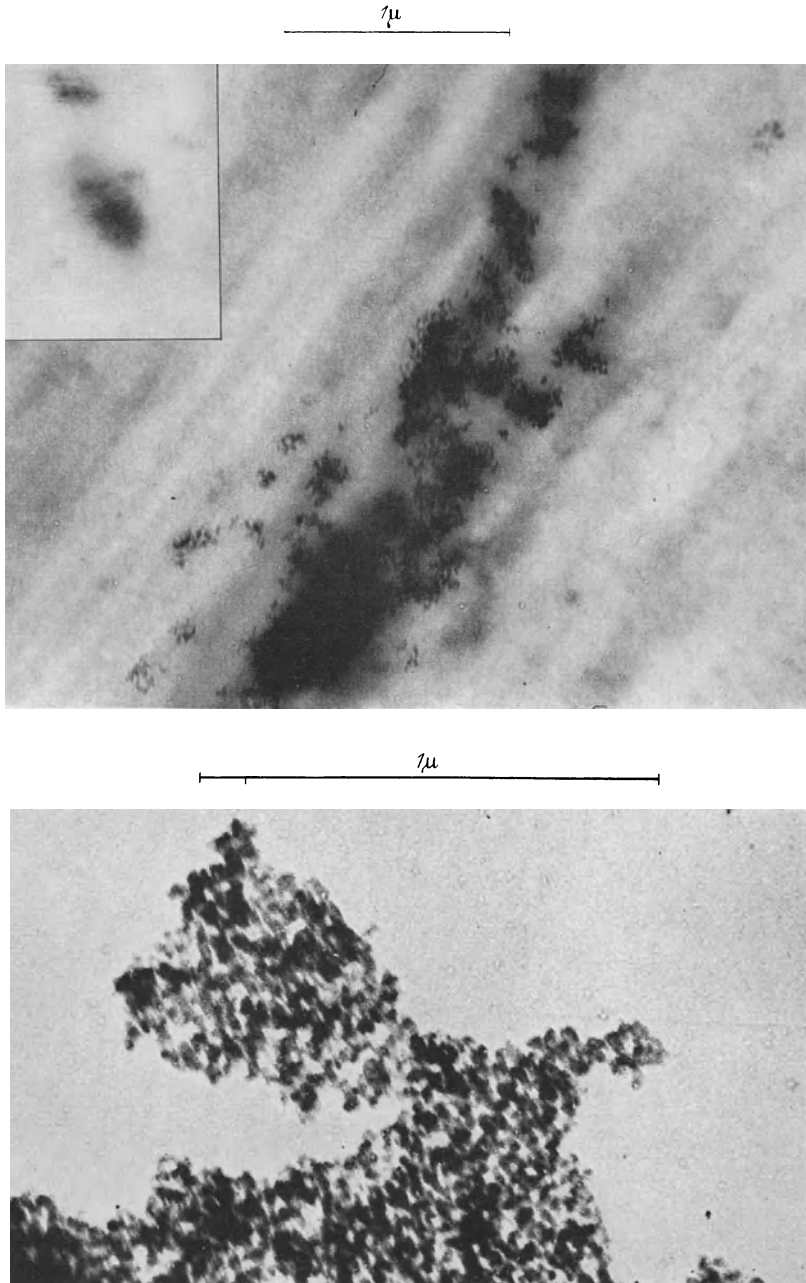


Abb. 335. Hochaktiver Gasruß eingelagert in gedehnten und ungedehnten (oben und oben links) Kautschukfilm und in fertiges Kautschukvulkanisat (unten).  
(Aufnahmen v. ARDENNE, Präparate BEISCHER.)

suchungen von WIEGAND und anderen Autoren ist die verstärkende Wirkung im allgemeinen um so größer, je feiner das zugesetzte Rußpräparat und je

homogener seine Verteilung ist. Auch hier bedeutet der unmittelbare Einblick, den die elektronenmikroskopische Methode gewährt, zugleich eine starke *Vereinfachung der Untersuchungsmethodik*, eine *Erhöhung der Meßgenauigkeit* und die Möglichkeit einer *individuellen Untersuchung einzelner Komponenten von vierteiligen Gemischen*, ja sogar unter geeigneten Vorbedingungen die Möglichkeit deren Analyse.

Hochaktiven Gasruß von größter Teilchenfeinheit zeigt Abb. 335 oben, und zwar eingelagert in eine 400%ig gedehnte Kautschukmembrane, die aus Latex hergestellt wurde. Man sieht in dem Bild die streifenförmige und wolkige Struktur des Kautschukfilmes. In der linken oberen Bildhälfte ist mit halber Vergrößerung zum Vergleich ein ungedehnter Film mit eingelagertem Ruß aufgenommen. Während in der Literatur die Abmessungen der feinsten aktiven Gasruße (Arrow, Micronex) zu 40 bis 60  $m\mu$  angegeben werden, zeigt die Aufnahme Abb. 335 oben zum ersten Male, daß die Teilchen eines hochaktiven amerikanischen (Arrow-) Rußes Abmessungen von nur 10 bis 20  $m\mu$  aufweisen. Sie sind also wesentlich feiner, als bisher angenommen wurde.

Bei schweren Ölrüßen, die sich zum Kautschuk ziemlich inaktiv verhielten, war aus Elektronenbildern zu erkennen, daß die Einzelteilchen mehrere Größenklassen zwischen 30 und 200  $\mu$  umfaßten.

Oft ist es interessant, zu wissen, ob die Einzelteilchen *kristallinen oder amorphen* Charakter haben. Das elektronenmikroskopische Bild gestattet hier nicht in allen Fällen eine klare Entscheidung. Insbesondere bei Teilchengrößen, die nahe am Auflösungsvermögen des Mikroskopes liegen, bleibt die Teilchenform noch zu unbestimmt für eine Beantwortung dieser Frage (s. Abb. 276). Man ist dann darauf angewiesen, das Verfahren der Beugung von Röntgen- oder Elektronenstrahlen einzusetzen. Bei Bildern von schweren Ölrüßen genügte die Teilchengröße, um die für Graphit charakteristische Plättchenform und damit den kristallinen Charakter der Präparate zu offenbaren.

Außer Ruß werden dem Kautschuk zur Erreichung bestimmter Eigenschaften bekanntlich Füllstoffe und Färbstoffe verschiedener Art zugesetzt. In diesem Zusammenhang seien Zinkweiß, Schwerspat, Bleiglätte, Magnesia Usta, Dixie Clay usw. genannt, deren Aufteilung ebenfalls durch Elektronenbilder (vgl. z. B. Abb. 308) ausgezeichnet kontrolliert werden kann.

Nachdem zunächst die Einzelteile von Kautschuk und Buna einerseits und andererseits die Struktur der Füllstoffe bildmäßig erfaßt worden waren, erschien es aussichtsreich, auch die *Morphologie des fertig vulkanisierten Mischproduktes* zu untersuchen. Als in Abb. 235 unten photographiertes Beispiel wurde ein Vulkanisat folgender Zusammensetzung gewählt:

First Latex . . . . .	100
Texas-Ruß . . . . .	30
Schwefel . . . . .	2
Zinkoxyd . . . . .	2
Stearinsäure . . . . .	1
Beschleuniger . . . . .	0,5

Der zugesetzte Texasruß hat in diesem Präparat etwa die Feinheit wie der im gleichen Bilde oben sichtbare hochaktive Ruß. Das elektronenmikroskopische Präparat wurde durch *Zerstampfen einer mit flüssiger Luft gekühlten Probe bei nachfolgender Auswahl feinsten Splitter mit Hilfe eines Lichtmikroskopes* hergestellt. Bei diesem Verfahren besteht, wie die Beobachtung zahlreicher in gleicher Weise gewonnener Präparate gelehrt hat, eine sehr große Wahrscheinlichkeit, daß Randzonen von Schichtdicken der Größenordnung 0,1  $\mu$  über der Bohrung der Objektträgerblende liegen und daher in das Gesichtsfeld des Mikroskopes eingerückt werden können. Auffallend ist in Abb. 335 unten die sehr *regelmäßige*

*Maschenstruktur*, bei der die Rußteilchen Knotenpunkte des Netzwerkes zu bilden scheinen. Aus einer Stereoaufnahme des gleichen Objektes wurde hergeleitet, daß das Netzwerk eine Dicke von nur etwa  $0,1 \mu$  hat. Deutlich sind aus ihr die räumliche Anordnung der Rußteilchen, ihre Einbettung in den vulkanisierten Kautschuk sowie zum Teil auch die verbindenden Kautschukfäden zu sehen.

Das sehr charakteristische Aussehen der Feinstruktur dieses technischen Kautschuks mit guten mechanischen Eigenschaften, sowie analoge Befunde bei Aufnahmen von anderen technischen Kautschuken berechtigen zu der Auffassung, daß in Zukunft mit Hilfe der elektronenmikroskopischen Methode nicht nur die Gleichmäßigkeit der Herstellung kontrolliert, sondern auch unsere Kenntnis über den Zusammenhang zwischen Feinbau und mechanischen Eigenschaften wesentlich erweitert werden kann, zumal durch die Hinzunahme des Stereoprinzips auch die wahre räumliche Gliederung des Maschenwerkes aufgezeigt wird. Es ergibt sich daraus eine wichtige neue Methode der *Dispersoidanalyse* solcher Systeme.

Als fernerer Ziel sei die unmittelbare *Sichtbarmachung* der *Hauptvalenzketten des ungedehnten Kautschuks* mit voraussichtlich mehr oder weniger verkrümmter oder zusammengerollter Form angeführt, ferner auch die unmittelbare Beobachtung der Ketten bei Dehnung und Vulkanisierung. Da die Dicke der Fadenmoleküle in der  $1 \mu$ -Größenordnung liegt und da die Dunkelfeldmethode auch bei  $1 \mu$ -Objekten der hier gegebenen Dichte noch einen hinreichenden Bildkontrast liefert, dürfte die Erreichung dieses Zieles schon in absehbarer Zeit möglich sein. Von einer unmittelbaren Sichtbarmachung der Fadenmoleküle bis zu einer genaueren elektronenmikroskopischen Strukturanalyse würde ein weiterer großer Entwicklungsschritt reichen, der allerdings die Verbesserung des Auflösungsvermögens um einen Faktor 5 bis 10 gegenüber dem heutigen Stande zur Voraussetzung haben würde.

Die bildmäßige Darstellung von Fadenmolekülen, insbesondere mit Hilfe der Dunkelfeldmethode, hat größte Bedeutung bei den *hochpolymeren organischen Kunststoffen*, bei denen gröbere Strukturen, die die physikalischen und mechanischen Eigenschaften beeinflussen, kaum vorhanden sind.

Bilder von einzelnen kugelförmigen hochmolekularen *Eiweißmolekülen* sind schon in den Abb. 268 und 271 gebracht worden. Auf dem erstgenannten Bilde ist bereits auch die Molekülgestalt sichtbar. Auch die Deformationen dieser Moleküle unter Einwirkung von Kräften konnten auf anderen Bildern dargestellt werden. Diese Beispiele mögen genügen, um die großen Möglichkeiten anzudeuten, die der elektronenmikroskopischen Methode auch auf dem Gebiete der Eiweißchemie beizumessen sind. Abschließend sei der Hinweis gegeben, daß gerade die durch andere Methoden außerordentlich schwer erfaßbaren Strukturen in dem Übergangsbereich zwischen den großen Eiweißmolekülen und den feinsten biologischen Objekten (Viren, Genen usw.) durch das Elektronenmikroskop noch mit leidlichem Kontrast und guter Schärfe sichtbar gemacht werden können.

#### f) Photochemische Reaktionsprodukte.

Unter den photochemischen Reaktionsprodukten hat das *Bromsilberkorn* eine besonders hohe Bedeutung erlangt. Im Rahmen dieses Abschnittes soll daher an dem Beispiel des Bromsilberkornes gezeigt werden, daß gerade für die Strukturanalyse photochemischer Reaktionsprodukte das Elektronenmikroskop, vor allem in Gestalt des Stereomikroskopes, sehr wertvolle Dienste leisten kann, um die zum Teil recht komplizierten Formen und Vorgänge zu entschleiern.

Bei der in den folgenden Zeilen referierten Untersuchung von Bromsilberkörnern<sup>1</sup> wurden die Körner der Schicht einer Agfa-Schumann-Hartplatte entnommen, und zwar mit Hilfe eines Glasstabes, nachdem zuvor die Schicht mit Wasser aufgeweicht war. Ein kleiner abgehobener Tropfen mit Bromsilberkörnern gelangte anschließend auf der Objektträger-Kollodiumhaut zur Auftrocknung. Bei den weiter unten wiedergegebenen Bildern lag die elektronenoptische Vergrößerung bei etwa  $10^4$ . Zur Aufnahme wurden ebenfalls Agfa-Schumann-Hartplatten verwendet. Da die Belichtungszeit bei der Aufnahme stets so bemessen wird, daß eine gute Schwärzung erfolgt, und da ferner durch

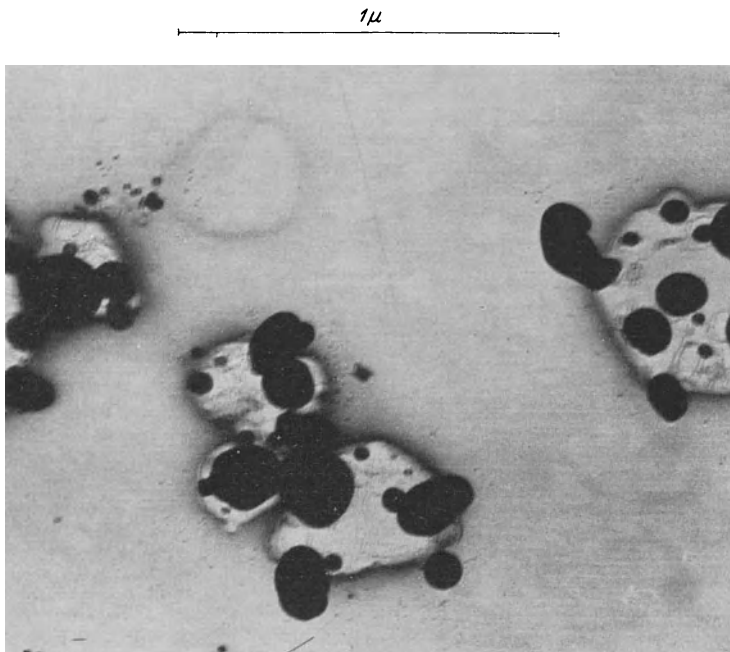


Abb. 336. Kleine, sehr stark mit Elektronen belichtete und nicht entwickelte Bromsilberkörner. (Aufnahme v. ARDENNE.)

die Vergrößerung die abbildende Elektronenstrahlung auf eine  $10^4 \cdot 10^4 = 10^8$ mal größere Fläche verteilt wird, muß bei der Untersuchung unentwickelter Bromsilberkörner eine größenordnungsmäßig  $10^8$ fache Überbelichtung der Körner eintreten<sup>2</sup>. Die Untersuchung normal belichteter Bromsilberkörner ist daher mit dem Elektronenmikroskop zunächst nicht möglich. An diese Aufgabe kann erst herangegangen werden, falls es gelingen sollte, Methoden der Desensibilisierung von Körnern (gegen Elektronenstrahlung) zu finden, die die Struktur des Bromsilberkornes nicht kritisch verändern. Inzwischen müssen wir uns bei unentwickelten Bromsilberkörnern darauf beschränken, Gestalt und Gestaltveränderungen im Gebiet starker und sehr starker Belichtungen zu verfolgen.

Ein Bild ausgesucht kleiner, *nicht entwickelter* und *nicht fixierter Bromsilberkörner* zeigt Abb. 336. Die an Silberkeimen nach Einschaltung der Elek-

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v.: Analyse des Feinbaues stark und sehr stark belichteter Bromsilberkörner mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Z. angew. Photogr. Bd. 2 (1940) Heft 1/2 S. 14.

<sup>2</sup> Ganz ähnliche Verhältnisse herrschen überdies auch bei den älteren lichtmikroskopischen Untersuchungen über die direkte Schwärzung von Bromsilberkörnern.

tronenstrahlung stattfindende Silberausscheidung führt zu den auch lichtmikroskopisch bekannten<sup>1</sup> im Bilde tief schwarzen Silberpartikeln. Ein *Stereobild* von ebenfalls größtenteils *sehr stark durchbelichteten Bromsilberkörnern* zeigt die an letzter Stelle auf den photographischen Tafeln am Ende dieses Buches wiedergegebene Aufnahme. Bei dieser ist zuerst das rechte Teilbild und sodann das linke Teilbild photographiert worden. Infolgedessen sind bei dem linken Teilbild die Bromsilberkörner etwas länger der Elektronenstrahlung ausgesetzt gewesen. Wir sehen daher auf diesem schon oben im Abschnitt N II erwähnten Bilde neben den durch Parallaxe verursachten Unterschieden zugleich die Veränderungen der Bromsilberkörner infolge der längeren Bestrahlung. Erst das Raumbild enthüllt, daß die schwarzen Silberaggregate aus den scheibenförmigen Bromsilberkörnern nahezu senkrecht herauswachsen. Zum Teil erreichen diese Aggregate eine Höhe, die kaum geringer ist als der Durchmesser der Bromsilberkörner. Deutlich ist im Raumbild auch zu erkennen, wie unter dem Gewicht die Kollodiumhaut an einigen Stellen nachgegeben hat und Falten bildet.

Auffallend ist die geringe Elektronenabsorption in den silberfreien Gebieten der Bromsilberkörner. Die Absorption ist hier zum Teil genau so gering wie in den unbedeckten Bereichen der Objektträgerfolie. Die gute Durchlässigkeit der Bromsilberkörner in den silberfreien Bereichen kommt daher, daß ihre Masse hier überhaupt kaum noch vorhanden ist. Wir sehen vorwiegend nur noch die Konturen der Körner. Die Erklärung hierfür sei im folgenden gegeben. Unter dem Einfluß der Belichtung tritt nicht nur das Fließen und Wachsen des photolytisch ausgeschiedenen Silbers ein, sondern gleichzeitig wird bekanntlich Brom in zunächst atomarer Form frei, das sich dann zu Brommolekülen vereinigt. Das frei werdende Brom verdampft sehr schnell im Hochvakuum des Elektronenmikroskopes, und wir sehen dann nur noch die auf der Folie verbleibenden Rückstände. Wie weit durch diesen Verdampfungsprozeß Rückwirkungen auf die hier untersuchten Vorgänge in Bromsilberkörnern gegeben sind, läßt sich zur Zeit noch nicht beurteilen. Anscheinend bedingen diese Rückwirkungen jedoch bei der Grobstruktur keine

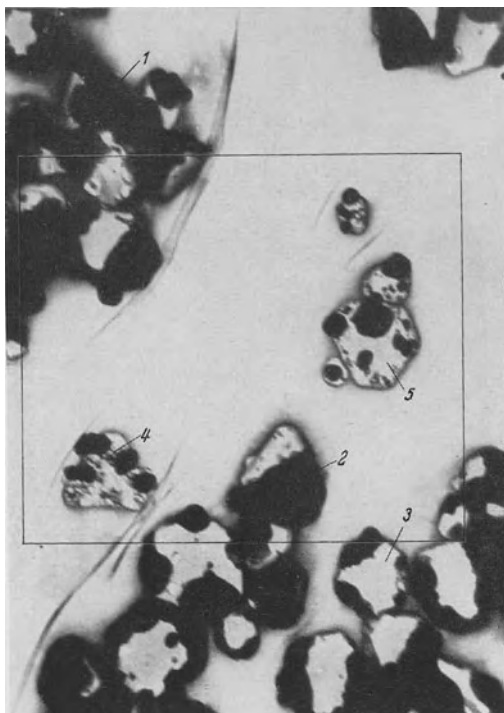


Abb. 337. Verschiedene Stadien stark belichteter, unentwickelter Bromsilberkörner. Die Zahlen geben etwa die Reihenfolge an, in der sich das Aussehen eines einzigen Kornes mit steigender Belichtung bei visueller Beobachtung ändert. Der eingezeichnete Ausschnitt ist das Gesichtsfeld des an letzter Stelle auf den Tafeln am Buchende wiedergegebenen Stereobildes.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

<sup>1</sup> Zum Beispiel W. MEIDINGER: Die theoretischen Grundlagen der photographischen Prozesse, Abschnitt: Die direkte Schwärzung. Im Handbuch der wissenschaftlichen und angewandten Photographie, Bd. 5. Berlin: Julius Springer 1932.



wesentlichen Änderungen, denn in den zitierten lichtmikroskopischen Untersuchungen an Luft sind für direkte Schwärzung ähnliche Formen und Gestaltsänderungen beschrieben worden.

Sehr aufschlußreich ist es, bei visueller Beobachtung die Silberkoagulate nach Einschaltung des Elektronenstrahles wachsen und sich verändern zu sehen, bis sich dann nach einiger Zeit ein stationärer Zustand ausbildet. Die photolytisch gebildeten Silberatome scheinen an der Oberfläche der Scheiben frei beweglich zu sein und in Richtung der Koagulationszentren zu fließen. Dieser Vorgang soll an Hand der Abb. 337 erläutert werden. Hier sind *verschiedene Stadien stark belichteter, unentwickelter Bromsilberkörner* photographiert. Die in das Bild eingetragenen Nummern geben etwa die Reihenfolge an, in der sich das Aussehen eines einzigen Kornes mit steigender Belichtung verändert. Der eingezzeichnete Ausschnitt ist das Gesichtsfeld der schon besprochenen Stereoaufnahme. Die mit noch weiter gesteigerter Belichtung auftretenden Kornveränderungen gehen aus dem Vergleich dieses Bildes mit den beiden zeitlich später gewonnenen Teilbildern der Stereoaufnahme hervor. So sehen wir beispielsweise, wie das Bromsilberkorn Nr. 5 in Abb. 337 mit weiterer Belichtung (Stereobild rechts) aufgehellt wird und schließlich mit noch stärkerer Belichtung alle feineren Partikel größerer Massendicke zugunsten der größeren Partikel verliert. Auch an anderen Körnern ist der gleiche Gang der Veränderung festzustellen. Stets ist es so, daß zunächst die ganze Fläche des Bromsilber-



Abb. 338. Stark mit Licht belichtete, entwickelte, unfixierte Bromsilberkörner mit feinen 10—15  $\mu$  dicken (Silber-?) Fäden. (Aufnahme v. ARDENNE.)

kornes im Elektronenbild schwarz erscheint, sodann bewegt sich das ausgeschiedene Silber, meist in Richtung auf die Ränder oder die Ecken der Bromsilberkörner zu, und bildet hier schließlich große, hochgewachsene Aggregate. Die beobachteten und beschriebenen Vorgänge sind nicht nur in photographischer Hinsicht, sondern darüber hinaus auch allgemein für das *Wachstum von Realkristallen* interessant.

Mit Licht belichtete und entwickelte Bromsilberkörner haben, wie das Elektronenbild Abb. 338 aufzeigt, ein völlig anderes Aussehen als die unentwickelten Körner, wenn auch einzelne große Silberkoagulate sich auch hier finden. Ob die letzteren erst nachträglich unter dem Einfluß der Elektronenstrahlung sich aus nicht ganz durchbelichteten bzw. durchentwickelten Bromsilberresten gebildet haben oder ob sie bereits bei Belichtung mit Licht entstehen, muß noch näher untersucht werden. Auffallend sind bei den entwickelten Körnern die feinen, 10 bis 15  $\mu$  dicken Fäden, die große Teile des früher vom Korn eingenommenen Raumes erfüllen. Allein aus dem Bildkontrast kann aus diesen

ersten Aufnahmen noch nicht entschieden werden, ob die Fäden ganz aus Silber bestehen oder nur einen merklichen Silberprozentsatz enthalten. Das in Abb. 339 wiedergegebene Stereobild von mit Licht stark belichteten, entwickelten, unfixierten Bromsilberkörnern enthüllt die Tatsache, daß die größeren Silberaggregate durch die Fäden gehalten werden und miteinander in Verbindung stehen. Sowohl die Verdampfungsstörung, als auch die Störung der Untersuchung durch die unvermeidliche, starke Elektronenstrahlung kommt bei der Erforschung ausbelichteter und fertig entwickelter Bromsilberkörner im wesentlichen in Fortfall, so daß die entsprechenden Bilder die Strukturen nahezu so zeigen, wie sie wohl unter praktischen Verhältnissen auch gegeben sind.

Eine weitere Stereoaufnahme *belichteter, entwickelter und fixierter Bromsilberkörner*, die im Rahmen der oben zitierten Arbeit veröffentlicht wurde,

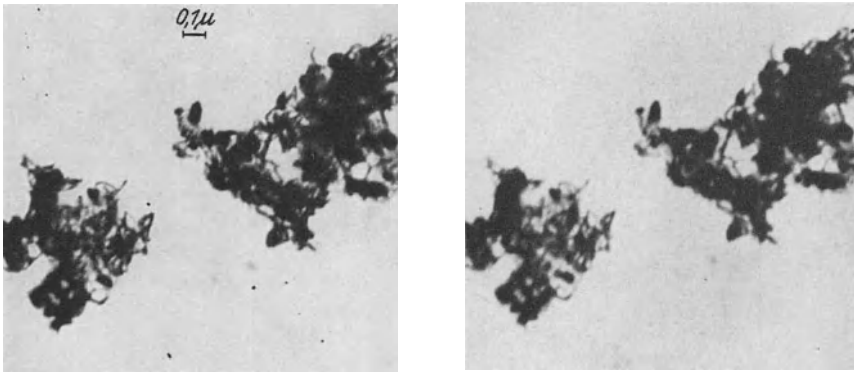


Abb. 339. Raumbild mit Licht belichteter, entwickelter, unfixierter Bromsilberkörner, hergestellt mit einem Objektschwenkungswinkel von  $12^\circ$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)

zeigt, daß das Aussehen belichteter, entwickelter Körner, wie auch theoretisch zu erwarten, durch den Fixierprozeß nicht mehr wesentlich verändert wird.

Grundsätzlich ist auch die Abbildung jener photolytisch gebildeten *Silberkeime* möglich, die bei schwachen Belichtungen gegeben sind. Hierzu werden belichtete, nicht entwickelte Bromsilberkörner fixiert und die übrigbleibenden Partikel, die Keime, auf der Objektträgerfolie aufgetrocknet.

In der oben zitierten Mitteilung sind auch von Bromsilber-*Lippmannkörnern* Elektronenaufnahmen gebracht. Sie zeigen, daß die untersuchten Körner unentwickelt Durchmesser zwischen etwa 25 und 50  $m\mu$  aufweisen. Aus den belichteten Körnern ergeben sich nach Entwicklung und Fixierung Silberteilchen mit Durchmessern von nur etwa 5 bis 10  $m\mu$ .

Untersuchungen an *sensibilisierten* und *desensibilisierten Bromsilberkörnern* und die unmittelbare *Sichtbarmachung* der *primären und sekundären Anisotropie bei Belichtung mit linear polarisiertem Licht* (Weigert-Effekt) seien an dieser Stelle als weitere Themen für zukünftige elektronenmikroskopische Forschungsarbeiten am Bromsilberkorn genannt.

### 3. Gestalts- und Oberflächenanalyse größerer Objekte.

Schon in den vorausgehenden Abschnitten sind häufiger Untersuchungen über Gestalt und Oberfläche größerer Objekte besprochen worden. Die be-

treffenden Arbeiten bezogen sich in der Regel auf ganz spezielle Probleme physikalischer oder chemischer Natur. Hier sollen nun diejenigen elektronenmikroskopischen Strukturanalysen behandelt werden, die sich oben schlecht einordnen ließen. Eine klare Abgrenzung konnte auch deswegen nicht durchgeführt werden, weil in einzelnen Fällen Überschneidungen der Anwendungsgebiete zwangsläufig gegeben waren. Unter den diesem Abschnitt zugeordneten

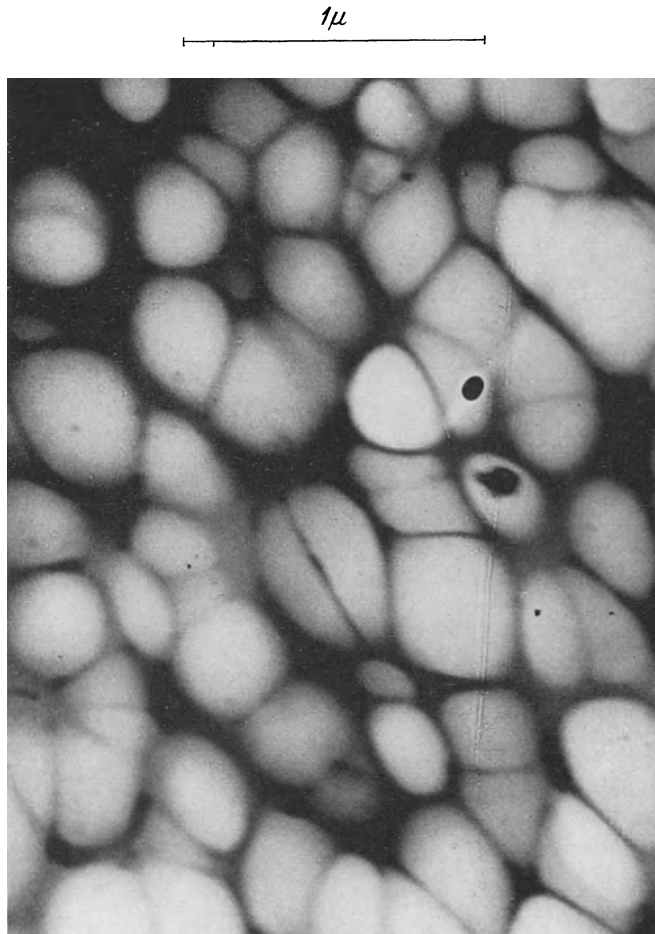


Abb. 340. Ultrafilter mit großem Porendurchmesser. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Beispielen für die Untersuchung größerer Objekte, die wieder nur einen kleinen Ausschnitt aus den lawinenartig anwachsenden Einsatzmöglichkeiten der Elektronenmikroskope vermitteln, lassen sich im wesentlichen folgende drei Gruppen unterscheiden: die Untersuchung von plättchenförmigen Systemen, die Oberflächenanalyse feinerer und größerer Objekte, sowie schließlich die Feststellung der Gestalt und der Substanzaufteilung speziell bei solchen Objekten, die aus verschiedenen Bestandteilen zusammengesetzt sind.

#### a) Untersuchungen von plättchenförmigen Systemen.

Membranen aus Kollodium dienten bei zahlreichen abgebildeten Objekten als Tragfolie für die Objektartikel. Ähnlich wie bei monomolekularen Eiweiß-

schichten haben auch diese Membranen bei hinreichend sauberer Herstellung, wie wir gesehen haben, keine Eigenstruktur. In vielen Fällen ist jedoch auch in laminaren Systemen ein charakteristischer Feinbau zu beobachten. So zeigt Abb. 340 ein *relativ grobmaschiges Ultrafilter*. Das letztere besteht aus einer Kollodiummembran, die aus einer 0,1%igen Lösung von „Kollodium zur Herstellung von Membranen zur Dialyse“ in gleichen Teilen Alkohol und Äther hergestellt wurde. Nach dem Verdunsten des Lösungsmittels spannt sich über die Öffnung der Objektträgerblende eine dünne Membran mit zahlreichen Poren. Porenzahl je Flächeneinheit und mittlerer Porendurchmesser können bei dieser Filterart in weiten Grenzen durch geringe Variationen der Herstellungsbedingungen verändert werden. Die Abbildung einer Membran mit Poren von

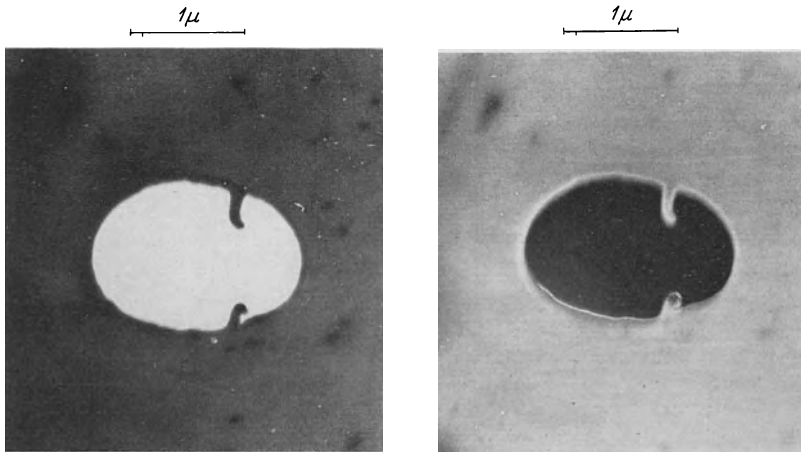


Abb. 341. Aufrißstelle einer dickeren Kollodiumhaut.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

Abb. 342. Dunkelfeldbild des gleichen Objektes.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

nur 50 bis 250  $m\mu$  Durchmesser findet sich bereits in einer mehrfach zitierten älteren Arbeit<sup>1</sup>.

Eine einzelne *Aufrißstelle* einer Kollodiumfolie mit hierfür typischen Foliensetzen ist in Abb. 341 abgebildet. Die letzteren rühren daher, daß zu Beginn des Aufreißens sich zwei kleinere Löcher gebildet hatten, aus denen schließlich ein größeres Loch entstanden ist.

Das *Dunkelfeldbild* der gleichen *Aufrißstelle* zeigt Abb. 342. Interessant ist hier die starke Dunkelfeldaufhellung durch die Folie, sowie die Tatsache, daß nur der untere Foliendrand scharf abgebildet ist. Offenbar hat sich der Rand oben und unten nach verschiedenen Richtungen aufgebogen, so daß infolge der geringen Tiefenschärfe dieser älteren Dunkelfeldaufnahme nur der eine Foliendrand scharf abgebildet ist.

Die *teilweise mit Dunkelfeld* und *teilweise mit Hellfeld* gewonnene Aufnahme einer dünnen *Kollodiumfolie mit Loch* vermittelt Abb. 343. Schon früher wurde erwähnt, daß der Übergang zum Dunkelfeldbetrieb durch Dezentrierung über eine Zwischenstufe führt, wo ein Teil des Gesichtsfeldes im Hellfeld und der übrige im Dunkelfeld erscheint. Abb. 343 ist in diesem Zwischenstadium aufgenommen. Je schwächer die Dezentrierung ist, das heißt je näher die Hellfeldzone an die zu beobachtende Zone des Gesichtsfeldes heranrückt, eine desto geringere Streuung am Objekt wird notwendig, um die Streustrahlung auf die

<sup>1</sup> BEISCHER, D. u. F. KRAUSE: Das Elektronenmikroskop als Hilfsmittel der Kolloidforschung. Naturwiss. Bd. 25 (1937) S. 825.

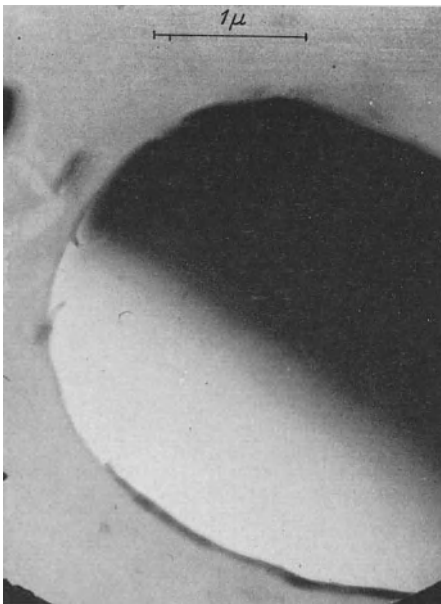


Abb. 343. Teilweise mit Dunkelfeld (oben rechts) und teilweise mit Hellfeld durchgeführte Aufnahme einer dünnen Kollodiumfolie mit Loch. (Aufnahme v. ARDENNE.)

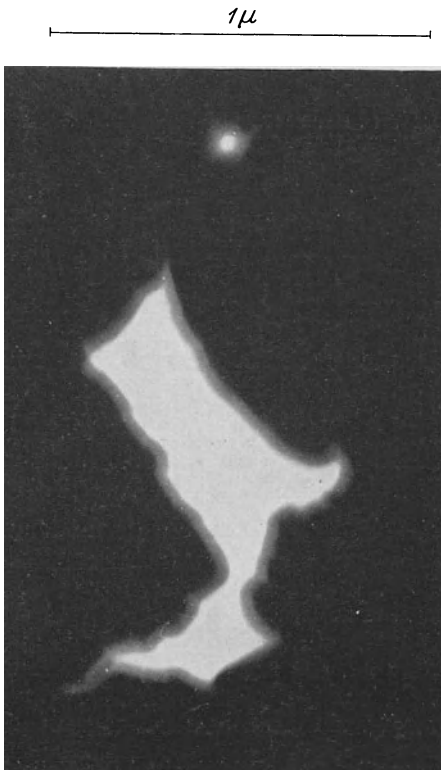


Abb. 344. Poren in einer Goldfolie. (Aufnahme v. ARDENNE.)

Öffnung der Objektivblende zu lenken. Je kleiner die Dezentrierung ist, mit der ein Dunkelfeldbetrieb auf diesem Wege herbeigeführt wird, desto hellere Dunkelfeldbilder werden erhalten und desto dünnere Objekte werden erkennbar. Einstellungen des Beleuchtungssystems nach Art der Abb. 343 sind daher für die Sichtbarmachung feinsten Fäden vorteilhaft. Sie leisten jedoch auch gute Dienste, wenn Vergleiche über die Schärfenverhältnisse bei Hell- und Dunkelfeld durchgeführt werden sollen.

Zwei Poren in einer Metallfolie zeigt das Elektronenbild Abb. 344. Hervorzuheben ist hier ein die Poren umgebender Rand von etwa  $50 \mu$  Breite, der offenbar darauf zurückzuführen ist, daß das Metall hier in einer dünnen und daher schwächer streuenden Schicht auffallend gleichmäßiger Dicke stehen geblieben ist. Fast sprunghaft steigt die Materialdicke außerhalb der Randzone an.

Poren in Metallfolien, Ultrafiltern und insbesondere in Diatomeenschalen sind vorzüglich geeignet für die Untersuchung *monomolekularer Häutchen*. So ist es beispielsweise verhältnismäßig leicht möglich, brauchbare Präparate von monomolekularen Häutchen zu erhalten, indem die letzteren über die eine etwa  $100 \mu$ -Löcher aufweisende Schale einer *Pleurosigma angulatum* Diatomee aufpräpariert werden. Infolge des kleinen Lochdurchmessers ist schon für jede einzelne Masche die Zerreißwahrscheinlichkeit der Haut gegenüber der Wahrscheinlichkeit bei einer normalen Objektträgerbohrung außerordentlich herabgesetzt. Durch die Vielzahl von Maschen wird die Wahrscheinlichkeit, daß einzelne Häutchen unverletzt bleiben, noch weiter stark erhöht.

In der zitierten Arbeit von BEISCHER und KRAUSE sind Elektronenbilder von einfachen *geätzten Metallfolien* und von elektrolytisch hergestellten und dann geätzten Metallfolien gebracht, die charakteristische Strukturierungen erkennen lassen.

Bekanntlich hängt die *Korrosion von unedlen Metallen* oder Metallegierungen an Luft davon ab, ob das Metall eine schützende Oxydschicht bilden kann oder ob der Oxydfilm sich mit korrosionsbegünstigenden Substanzen vollsaugt und die Korrosion sogar fördert. Zur Beurteilung der Passivität von Metallen ist daher die Kenntnis der Struktur der Oberflächenschicht wichtig. Nachdem das Rastermikroskop zur Zeit der Niederschrift dieses Buches für Aufsichtbeobachtung noch nicht praktisch ausgebildet ist, besteht die Notwendigkeit einer Ablösung<sup>1</sup> der Oberflächenschichten, um diese im Durchstrahlungsverfahren untersuchen zu können. Elektronenbilder von *Aluminiumoxyd-* und *Eisenoxydfilmen* finden sich in Arbeiten von MAHL<sup>2</sup>. Die Bilder lassen erkennen, daß beim Aluminiumoxydfilm die Zahl der Poren 5 bis 6 Zehnerpotenzen geringer ist als beim Eisenoxydfilm, obwohl der Oxydfilm an manchen Stellen so dünn ist, daß die Elektronen fast ungestreut hindurchgehen. Im Gegensatz zu diesem Oxydfilm, der bekanntlich einen ausgezeichneten Schutz gegen Korrosion bildet, läßt die Aufnahme vom Eisenoxydfilm sehr große örtliche Dickenunterschiede und außerordentlich viele feinste Poren erkennen, deren Zahl etwa  $10^8$  Poren pro  $\text{mm}^2$  beträgt. In den gleichen zitierten Arbeiten finden sich auch Elektronenbilder von Rostflocken verschiedener Gewinnungsart. In der zweitgenannten Arbeit ist ein Vorschlag erwähnt, um Oberflächen durch Aufbringung, Ablösung und Betrachtung einer Hilfsschicht mit dem Durchstrahlungsverfahren zu untersuchen. Zur Zeit fehlen noch die praktischen Erfahrungen, ob es gelingt, beispielsweise organische Schichten, wie Zaponlack, so gleichmäßig auf die zu untersuchende Oberfläche aufzubringen und ohne Strukturstörung von ihr wieder abzulösen, daß das Durchstrahlungsbild der so erhaltenen Matrize einwandfreie Rückschlüsse auf die Strukturen zuläßt. Die zuletzt referierten Arbeiten leiten über zum Thema des folgenden Abschnittes.

### b) Untersuchung von Oberflächen.

Auch ohne Ablösung der Oberflächenschicht oder einer Hilfsschicht lassen sich mit dem Objektdurchstrahlungsverfahren gewisse Oberflächenuntersuchungen durchführen. Hierzu ist es notwendig, die zu betrachtende Oberfläche so im Objektträger anzuordnen, daß sie nur wenig gegen die Mikroskopachse geneigt ist. Dann können Oberflächenprofile auch im normalen Elektronenmikroskop als Hellfeld- oder Dunkelfeldbilder und sogar als Stereobilder sichtbar gemacht werden. Im Fall der stereoskopischen Betrachtung empfiehlt es sich, die Achse der Objektschwenkung senkrecht zur Ebene der Objektfläche zu orientieren. Wird die Achse der Objektschwenkung dagegen parallel zur Oberflächenebene ausgerichtet, so kann die Stereo-Objektschwenkeinrichtung vorzüglich dazu benutzt werden, um den jeweils gewünschten Einfallswinkel der abbildenden Strahlung gegen die Oberflächenebene herbeizuführen. So lassen sich mit Hilfe dieser Einrichtung leicht extrem kleine Neigungswinkel einstellen und damit auch solche Erhebungen auf einer Oberfläche sichtbar machen, die nicht unmittelbar am Rande der zu betrachtenden Oberflächenschicht liegen.

Das *Profilbild* von *Zinksalznadeln* auf einer Messingoberfläche, die in der geschilderten Weise im Objektträger orientiert worden ist, zeigt Abb. 345. In der Bildunterschrift wird auf eine bei diesem Präparat beobachtete charakte-

<sup>1</sup> Verfahren zur Ablösung von Oxydfilmen beschreibt U. R. EVANS: *Korrosion, Passivität und Oberflächenschutz von Metallen*, S. 55. Berlin: Julius Springer 1939.

<sup>2</sup> MAHL, H.: Metallkundliche Untersuchungen mit dem elektrostatischen Übermikroskop. *Z. techn. Phys.* Bd. 21 (1940) Heft 1 S. 17 und *Anwendung des Übermikroskopes in der Kolloidchemie und Metallurgie*. Sonderdruck Jb. AEG-Forschung Bd. 7 (1940) Heft 1 S. 21.

ristische Veränderung der Nadeln (Umlagerung der Kristallmoleküle in Richtung kleinerer Oberflächenspannung) hingewiesen.

Das Schattenbild der Oberflächenstruktur eines *Zinkkadmiumsulfid-Leuchtkristalles* mit etwa 30% Kadmiumsulfidgehalt bringt Abb. 346. Es handelt

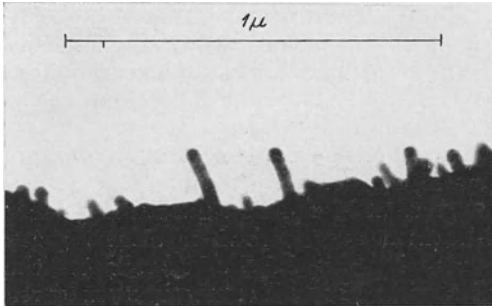


Abb. 345. Metalloberfläche mit Zinksalznadeln. Hier ist bemerkenswert, daß die abgebildeten Kristallnadeln zwei Tage früher etwa 3mal so lang und  $\frac{1}{4}$  so dick waren. Offenbar hat eine Wanderung der Feinbausteine in Richtung kleinerer Oberflächenspannung stattgefunden. (Aufnahme v. ARDENNE.)

dazu bei, die allmähliche Abnahme des Leuchtschirmwirkungsgrades von stark belasteten Leuchtschirmen in Fernsehprojektionsröhren zu klären.

Die beiden hier gebrachten Profilelektronenbilder sind dazu geeignet, um die Möglichkeiten der elektronenmikroskopischen Methode bei der *Untersuchung*

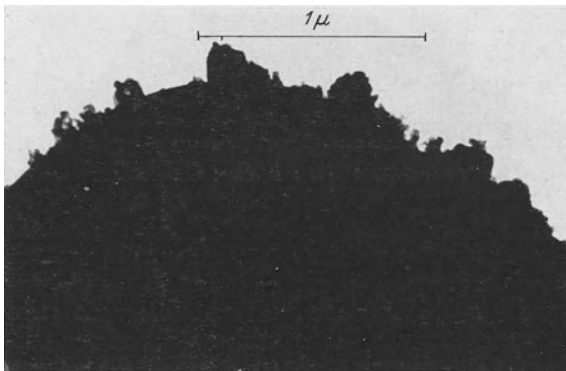


Abb. 346. Schattenbild der Oberflächenstruktur eines silberaktivierten Zinkkadmiumsulfid-Leuchtkristalles mit 30% Kadmiumsulfidgehalt. (Aufnahme v. ARDENNE.)

der *Kristallbildung* und des *Kristallabbaues* aufzuzeigen. Bekanntlich entsteht ein Kristall dadurch, daß an einem Keim sich Atome der Kristallstruktur entsprechend gesetzmäßig anlagern. Das Wachstum schreitet dabei vorwärts, entsprechend den von KOSSEL und STRANSKY entwickelten Vorstellungen über die Gitterenergie. Nach den gleichen Gesetzen gibt auch im umgekehrten Fall ein Kristall seine atomaren Bausteine bei Verdampfung ab. M. STRAUMANIS<sup>1</sup> hat die Entstehungs- und Wachstumsbedingungen, sowie den Abbau von Metallkristallen an einer verschiedenen temperierten Glaswand bei übersättigtem Zink- und Kadmiumdampf beobachtet. Die Kristalle wurden nachher lichtmikroskopisch bei einer bis zu 1200fachen Vergrößerung untersucht und zeigten einen sehr regelmäßigen Aufbau. STRAUMANIS kommt schon auf Grund seiner lichtmikroskopischen Beobachtungen zu der Feststellung, daß die bei größeren Kristallen häufig gegebenen Wachstumsstörungen bei sehr kleinen Kristallen immer seltener vorkommen. Die Erforschung der Wachstumsvorgänge im

<sup>1</sup> STRAUMANIS, M.: Das Wachstum von Metallkristallen in Metaldampf. Z. phys. Chem. Bd. 13 (1931) S. 316.

Bereich kleinster Kristalle mit Hilfe des Elektronenmikroskopes gewährt daher, wie auch die Bilder der Metalloxydrauche bestätigen, einen weitgehend ungestörten Einblick in die Wachstums- und Abbauprozesse der Kristalle.

M. VOLMER und Mitarbeiter<sup>1</sup> haben die Kristallbildung durch gerichtete Atome eines Dampfstrahles von Kadmium, Zink und Quecksilberdampf im Vakuum untersucht. Es zeigte sich dabei, daß die entstehenden Kristalle orientiert sind und daß das Wachstum besonders groß ist in Lagen, die zum Strahl günstig ausgerichtet sind. Es würde zu weit führen, näher auf diese Arbeiten einzugehen. Auch hier wäre es sehr wichtig, die unter den angeführten Bedingungen gewachsenen Kristalle elektronenmikroskopisch zu untersuchen und auf diese Weise gerade kleinere Kristalle mit ungestörtem Wachstum zu erfassen. Bei den angedeuteten Themen könnte die *Objektreaktionskammer* sehr wertvolle Dienste leisten.

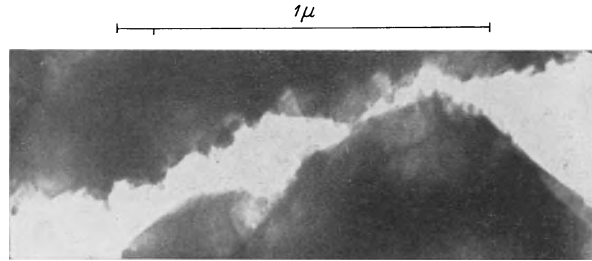


Abb. 347. Ansicht einer Bruchstelle (Panzer einer Kieselalge).  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

Die Methode der Abbildung einer Oberfläche im Profil ist auch hervorragend für die *Prüfung* von *Farbanstrichen* und *Lackanstrichen* geeignet. Erst das Elektronenmikroskop enthüllt beispielsweise die Existenz oder das Fehlen von submikroskopischen Oberflächenrauigkeiten frischer oder einige Zeit der

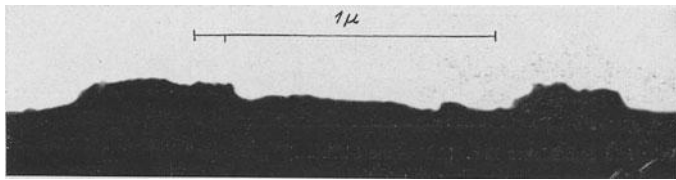


Abb. 348. Die Schneide eines unbenutzten Rasiermessers.

Witterung ausgesetzter Lacke. In diesem Zusammenhang verdient darauf hingewiesen zu werden, daß mit Schellack frisch überzogene Oberflächen selbst bei höchster Auflösung keinerlei Unebenheiten und Rauigkeiten im Übermikroskop zeigen. Dieser Eigenschaft verdankt Schellack unzweifelhaft zum Beispiel seine große Bedeutung für die Herstellung von Schallplatten. Sehr wahrscheinlich dürfte auch die elektronenmikroskopische Oberflächenuntersuchung der übrigen *Materialien*, die in der modernen Elektroakustik zur *mechanischen Schallaufzeichnung* Verwendung finden, interessante Gesichtspunkte für die Verringerung des sog. Plattengeräusches liefern<sup>2</sup>.

Auch auf dem Gebiet der *Materialprüfung* und *Materialforschung* können wir in der Zukunft wesentliche Beiträge von der elektronenmikroskopischen Methode erwarten. Elektronenmikroskopische Bilder über die *Kerbwirkung*,

<sup>1</sup> VOLMER, M.: Kristallbildung durch gerichtete Dampfmoleküle. Z. Phys. Bd. 5 (1921) S. 31. — GROSS, R. u. M. VOLMER: Kristallbildung durch gerichtete Dampfmoleküle. Z. Phys. Bd. 5 (1921) S. 188. — VOLMER, M. u. J. ESTERMANN: Über den Mechanismus der Molekülabscheidung an Kristallen. Z. Phys. Bd. 7 (1921) S. 13. — VOLMER, M.: Über gerichtetes Kristallwachstum. Z. Phys. Bd. 9 (1922) S. 193.

<sup>2</sup> HIMMLER, E. H.: Diskussionsbemerkung zum Vortrag M. v. ARDENNE, Harnack-Haus, 16. April 1940.



über den Ablauf von *Zerreiß-* und *Biegeprozessen* werden voraussichtlich Einblicke von erheblicher Bedeutung gewähren können. Als Beispiel für diesen Anwendungssektor des Elektronenmikroskopes ist in Abb. 347 die *Ansicht einer Bruchstelle* gebracht. Zahlreiche Nadeln und Kanten, die aus der Oberfläche herausragen, verleihen der Bruchstelle ein sehr charakteristisches Aussehen.

Ein weiteres Anwendungsgebiet des Elektronenmikroskopes ist die *Untersuchung von Schneiden*. Als Beispiel hierzu bringt Abb. 348 das Schattenbild der Schneide eines unbenutzten Rasiermessers. Wir sehen hier einen ausgesprochenen, lichtmikroskopisch nicht mehr einwandfrei feststellbaren Grat. Auch über die Vorgänge bei Schleif- und Polierprozessen der praktischen Optik dürfte die elektronenmikroskopische Untersuchung sehr interessante Aufschlüsse gewähren.

### c) Untersuchung der Substanzaufteilung bei größeren Objekten.

Bei Substanzen, die aus verschiedenen Komponenten zusammengesetzt sind, gestattet das Elektronenmikroskop, nicht zuletzt dank seines relativ zur

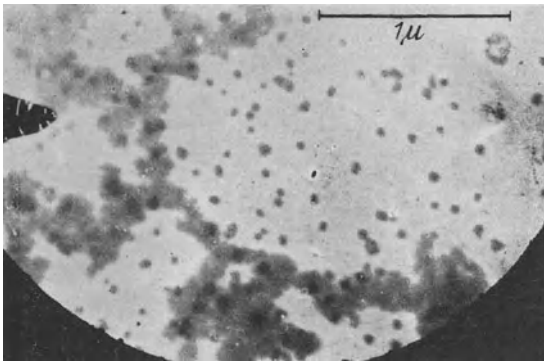


Abb. 349. Sehr fein gemahlenes Erz. (Aufnahme Siemens.)

Fläche des einzelnen Bildelementes sehr großen Gesichtsfeldes, durch Auszählung der Teilchen eine ziemlich genaue Übersicht über die Substanzzusammensetzung zu erhalten. Voraussetzung hierfür ist, daß nicht durch den Präparierprozeß bestimmte Größenbereiche bevorzugt oder benachteiligt werden. In vielen Fällen wird es nur darauf ankommen, verschiedene gleichartig präparierte Proben miteinander zu vergleichen oder im übermikroskopischen Bilde

sich von dem Vorhandensein der einen oder anderen Komponenten zu vergewissern. Bei dieser vereinfachten Aufgabenstellung sind nur die üblichen, oben ausführlich besprochenen Gesichtspunkte bei der Präparierung der Objekte zu berücksichtigen.

Eine ältere Aufnahme von *sehr fein gemahlenem Erz* vermittelt Abb. 349. Die verschiedenen Formen der Bestandteile sind gut sichtbar. Aus einer Anzahl von Vergleichsaufnahmen können Unterlagen über die Abhängigkeit der Korngrößen von der Mahldauer gewonnen werden. Es ist wahrscheinlich, daß auf dem wichtigen Gebiet der Aufbereitung armer Erze das Elektronenmikroskop wertvolle Aufschlüsse über den Gang des Aufbereitungsprozesses liefern kann.

Schon jetzt ist die elektronenmikroskopische Methode auf dem Gebiet der *Silikatforschung* erfolgreich eingesetzt worden<sup>1</sup>. Die Anwendung eines höher auflösenden Instrumentes hat hier neue Kenntnisse über die Tonwerkstoffe schnell vermitteln können, da gerade *die* Bestandteile der Tone, welche den chemisch bedeutendsten Teil darstellen, unterhalb des Auflösungsvermögens des Lichtmikroskopes liegen. In der zitierten Arbeit wurden verschiedene Tonmaterialien untersucht, und zwar nachdem die feinsten Teilchen abgeschlämmt und in wäßriger Aufschlämmung auf die Objektträgerfolie aufgebracht waren.

<sup>1</sup> EITEL, W., H. O. MÜLLER u. O. E. RADZEWESKY: Übermikroskopische Untersuchungen an Tonmineralien. Ber. dtsh. keram. Ges. Bd. 20 (1939) Heft 4 S. 165.

Abb. 350 gibt eine Aufnahme von *Magerton* wieder. Wir sehen hier neben den schwarzen, meist etwas größeren Quarzkörnern feinblättrige Tonminerale, welche bei einem Durchmesser von etwa  $200 \mu$  aus so dünnen Teilchen bestehen, daß sie durchscheinend sind. Auch die hexagonale Begrenzung der

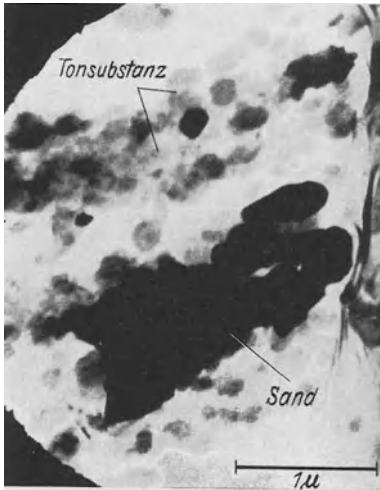


Abb. 350. Magerton.  
(Aufnahme Siemens, Präparat EITEL-MÜLLER.)

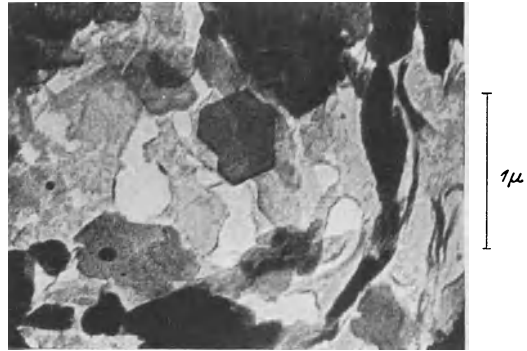


Abb. 351. Zettlitzer Kaolin, roh.  
(Aufnahme Siemens, Präparat EITEL-MÜLLER.)



Abb. 352. Synthetischer Kaolin. (Aufnahme Siemens, Präparat EITEL-MÜLLER.)



Plättchen ist in der Abbildung zu sehen. Auf Bildern von fettem Ton fehlen die Quarzteile, welche den mageren Ton kennzeichnen, fast vollkommen.

Eine Aufnahme von *Zettlitzer Kaolin*, in welchem neben vorwiegend unregelmäßigen Tafeln von lappiger Umgrenzung einzelne ausgezeichnet kristallisierte Individuen von hexagonalen Umrissen auftreten, bringt Abb. 351. Das schon erwähnte Fehlen von Quarzkörnchen und feinsten Teilchen ist auch für dieses Bild charakteristisch. Zum Vergleich ist in Abb. 352 auch noch ein Bild von

*synthetischem Kaolin* gebracht, das eine nicht ganz homogene Ausbildung dieses synthetischen Kaolins erkennen läßt. Einzelheiten über die Präpariermethode und den Einfluß verschiedener Temperaturverhältnisse finden sich in der zitierten einschlägigen Veröffentlichung. Bilder feinsten Fraktionen von tropischen Tonböden und *Bentoniten* zeigten starke morphologische Unterschiede gegenüber Kaolinit<sup>1</sup>.

Ein weiteres sehr wichtiges Gebiet des Elektronenmikroskopes könnte die Erforschung und Überwachung des *Zementes* werden. Abb. 353 bringt Elektronenbilder von Zement mit charakteristischen Formen. Auch bei diesem

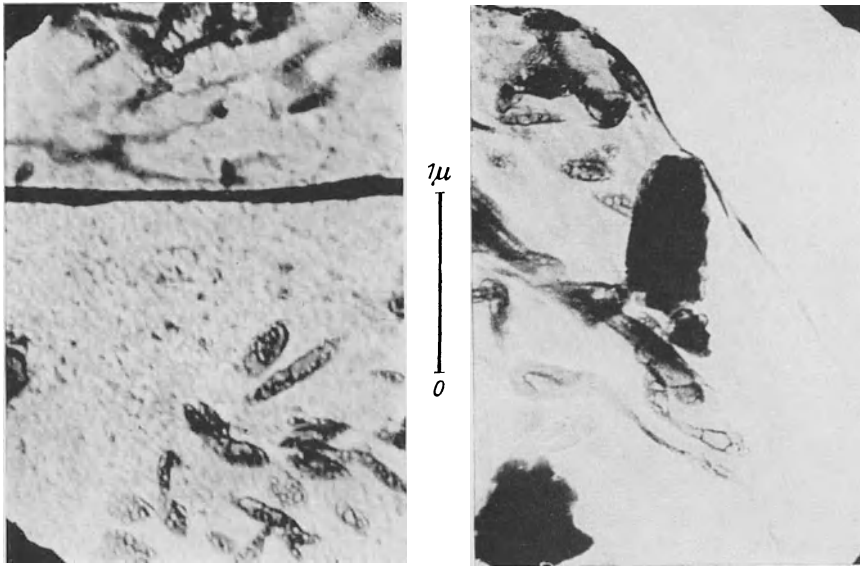


Abb. 353. Elektronenbild von C 1-Zement. (Aufnahme Siemens, Präparat EITEL-MÜLLER.)

Werkstoff sind wesentliche technische Eigenschaften, wie beispielsweise die Abbindefähigkeit und Bearbeitbarkeit, von dem Gehalt an feinsten Teilchen abhängig. Schon liegen mehrere Veröffentlichungen<sup>2</sup> vor, in denen die Morphologie wichtiger Teilvorgänge, die bei dem Abbinden des Zementes eine Rolle spielen, durch zahlreiche Elektronenbilder dargestellt wird.

## II. Die Anwendung des Elektronenmikroskopes in Biologie und Medizin.

Die elektronenmikroskopische Methode dürfte dazu berufen sein, viele und sehr wichtige Fragen der Biologie und Medizin zu klären und zu beantworten, das ist die feste Überzeugung des Verfassers. So dürfen wir von ihr tiefgehende Einblicke und Erkenntnisse zu jenem Problem erwarten, das die Naturforscher aller Zeiten so stark bewegt hat, zu dem Thema: *Was ist lebende Substanz?*

<sup>1</sup> ARDENNE, M. v., K. ENDELL u. U. HOFMANN: Untersuchungen feinsten Fraktionen von Tonböden und Bentoniten mit dem Universal-Elektronenmikroskop. Ber. dtsh. keram. Ges. Bd. 21 (1940) im Druck.

<sup>2</sup> RADZEWSKI, O. E., H. O. MÜLLER u. W. EITEL: Übermikroskopische Untersuchung der Hydratation des Kalkes. Zement Bd. 28 (1939) Heft 49 und Zur Hydratation des Trikalziumsilikats. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 48 S. 807 sowie Zur Hydratation des Trikalziumaluminats. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 50 S. 837.

Diese Erwartung erscheint dann nicht zu optimistisch, wenn wir uns vergegenwärtigen, daß der Vorgang, der die lebendige Substanz von der toten unterscheidet, die *Selbstvermehrung*, nunmehr bei den kleinsten biologischen Systemen mit ausreichender Bildschärfe betrachtet werden kann. Bisher war gerade das Übergangsgebiet zwischen den größten noch toten Eiweißmolekülen und den kleinsten biologischen Objekten in einen dichten Schleier gehüllt, der nur hin und wieder durch indirekte Methoden etwas durchbrochen worden ist. Heute zeigt uns die Elektronenaufnahme nicht nur Größe und Umriss vieler Eiweißmoleküle und kleinster biologischer Einheiten, sondern läßt darüber hinaus vielfach auch Rückschlüsse auf Dicke, Dichte und innere Strukturierungen zu. — Für den modernen Naturwissenschaftler ist es fast eine Binsenweisheit, wenn ihm nahegelegt wird, unbekannte Vorgänge an einfachsten Systemen zu erforschen. Im allgemeinen werden Systeme um so einfacher sein, aus je weniger Elementarteilchen sie zusammengesetzt, das heißt im Mittel je kleiner sie sind. Hierzu müssen wir uns vergegenwärtigen, daß der *Rauminhalt der bildmäßig erfassbaren Objektportionen mit der dritten Potenz der Verbesserung des Auflösungsvermögens abnimmt*. Nachdem heute das beste elektronenmikroskopische Auflösungsvermögen etwa 100mal so groß ist wie das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes, braucht bei annähernd gleicher Erkennbarkeit der Rauminhalt eines elektronenmikroskopisch untersuchten Systemes nur ein Millionstel des Rauminhaltes lichtmikroskopisch betrachteter Systeme zu besitzen.

Neben dem zunächst angedeuteten biologischen Grundproblem existiert eine Fülle von biologischen und medizinischen Problemen, wo ebenfalls die genaue Kenntnis des morphologischen Bildes von außerordentlichem Wert ist. In diesem Zusammenhang sei, um einige Beispiele zu geben, erinnert an die Sichtbarmachung der verschiedenen pflanzlichen, tierischen und menschlichen Viren, an die bildmäßige Darstellung der zahlreichen Bakterien und ihrer Entwicklung, ferner an die Untersuchung von Zellstrukturen, insbesondere der Chromosomen, und schließlich an die Darstellung der Feinstruktur größerer Objekte wie Diatomeenpanzer, der Porenweite, pflanzlicher und tierischer Membranen usw. Sollte es unter Mitwirkung des Elektronenmikroskopes in der Zukunft gelingen, das Dunkel aufzuhellen, das heute noch viele Vorgänge in normal lebenden Zellen umgibt, so dürfte dann die Zeit gekommen sein, um diese Methode auch für die Untersuchung *anormaler* Lebensäußerungen (Krebsproblem) einzusetzen. Die vorstehende Aufzählung umfaßt nur einen winzigen Bruchteil der großen Zahl von Themen, die sich aus der unendlichen Kompliziertheit des Aufbaues der höheren Lebewesen ergeben. — Je mehr die Zahl der elektronenmikroskopischen Forschungsarbeiten in der Zukunft zunehmen wird, desto seltener werden die Schätze der Erkenntnis den Elektronenmikroskopikern fast mühelos in den Schoß fallen und desto mehr wird es darauf ankommen, in streng systematischer Arbeit und oft über lange Präparate- und Aufnahmereihen das Forschungsergebnis zu erkämpfen. Heute, in der Frühzeit des Elektronenmikroskopes und ganz besonders auf biologisch-medizinischem Gebiet birgt die elektronenmikroskopische Methode nicht nur die Möglichkeit großer Erfolge, sondern auch großer Irrungen und Rückschläge in sich. So ist beispielsweise das Tatsachenmaterial noch viel zu klein, um im Einzelfall aussagen zu können, welche *Veränderungen der Strukturen eintreten durch den Präparierprozeß, die Einbringung in das Vakuum, sowie durch die Elektronenbelastung des Objektes*. Maßnahmen wie Variation der Präparierprozesse, visuelle Objektbeobachtung unmittelbar nach Einschaltung der Elektronenstrahlung, stereoskopische Betrachtung der Objektstrukturen usw. sind hier geeignet, um *wahre Strukturen von Kunstprodukten zu trennen*. Auch bei der Deutung der im Bilde festgehaltenen wahren Strukturen empfiehlt es sich, größte Vorsicht

walten zu lassen und weitergehende Aussagen nur aus einer Vielzahl von Präparaten und Bildern herzuleiten. An dieser Stelle sei schließlich vor einer Überschätzung der Bedeutung des Elektronenmikroskopes für das biologisch-medizinische Gebiet gewarnt. Die elektronenmikroskopische Methode ist nur *ein* Weg von vielen, die gemeinsam beschritten werden müssen, um unsere Naturerkenntnis gleichmäßig zu erweitern. So beruhen viele sehr wichtige Äußerungen lebender Substanz auf chemischen und elektrischen Prozessen. Diese entziehen sich der bildmäßigen Erfassung vollkommen, sofern es nicht gelingt, durch Ausbildung von Hilfsmethoden wesentliche Einzelheiten der Vorgänge über sekundäre Effekte (z. B. Anlagerung hoch disperser Teilchen an Objektzonen mit bestimmten chemischen oder elektrischen Eigenschaften) sichtbar zu machen.

Bei der nun folgenden Besprechung der wichtigsten Anwendungsbeispiele soll wieder wie in dem vorausgehenden Buchabschnitt mit der Untersuchung kleiner Systeme begonnen und allmählich zur Betrachtung größerer Einheiten übergegangen werden.

### 1. Untersuchung von Proteinen und Virusarten.

Die Molekülabmessungen der wichtigsten, als isolierte chemische Verbindung anzusprechenden *Eiweiße* liegen bekanntlich in der Größenordnung zwischen 4 und 20  $\mu$ . Die Bestimmung von *Größe* und *Form der Proteine* aus Elektronenbildern läßt wichtige Rückschlüsse über ihr Verhalten in Lösungen zu. Sie erspart (oft ungenaue und zeitraubende) indirekte Methoden oder bietet doch eine in vielen Fällen sehr willkommene Kontrollmöglichkeit der Ergebnisse der indirekten Methoden. Die aus chemischen und physikalischen Eigenschaften hergeleiteten Molekülmodelle der Eiweiße zeigen, daß das Kettengefüge bei ihnen nicht so starr ist wie bei den Kohlenhydraten, in denen das Vorhandensein der Ringe die freie Drehbarkeit beeinträchtigt. Die Eiweißmoleküle können daher ihre Form je nach den äußeren Umständen wechseln. Die bildmäßige Darstellung der unter verschiedenen Verhältnissen sich ergebenden Deformation der Moleküle ist ein weiteres wichtiges Thema der elektronenmikroskopischen Eiweißforschung. Nachdem Größe und Gestalt der Moleküle aus den Elektronenbildern entnommen werden können und auch die mittlere Dichte der Eiweiße bekannt ist, ergibt sich ein neues, sehr einfaches *Verfahren zur Molekulargewichtsbestimmung*. Die Genauigkeit der Resultate bei den angedeuteten Arbeiten hängt von der *Güte der Abbildung* des jeweiligen Proteinmoleküles und von der *Moleküldeformation infolge des Präparierprozesses und der Elektronenbestrahlung* ab. Der zweitgenannte Fehlereinfluß dürfte nach den bisherigen Erfahrungen dann gering sein, wenn die Proteinsubstanz in so starker Verdünnung auf der Objektträgerfolie aufgetrocknet wird, daß die einzelnen Moleküle voneinander isoliert liegen. In diesem Fall kann ein Zusammenklumpen (Gerrinnen) infolge der Aufheizwirkung der Elektronenstrahlung nicht eintreten. Die Güte der Abbildung hängt nicht nur von dem Betrag des Auflösungsvermögens im Augenblick der Aufnahme, sondern infolge der geringen Dichte der Eiweißmoleküle in stärkstem Maße von ihrer Präparierung und ihrer Größe ab. *Elektronenbilder von Eiweißmolekülen* sind schon im Buchabschnitt O I 1 wiedergegeben. Die Abmessungen der betreffenden Moleküle lagen noch weit oberhalb des Auflösungsvermögens des benutzten Mikroskopes. Trotzdem sind sie bereits nahe an der Erkennbarkeitsgrenze infolge des geringen von ihnen verursachten Bildkontrastes. Bei der visuellen Objekteinstellung, die den obigen Molekülaufnahmen vorausging, blieben die Moleküle durchweg unterhalb der Wahrnehmbarkeit. Die Schärfeneinstellung erfolgte bei ihnen mit Hilfe einiger metallischer Partikel, die in großer Verdünnung auf der Folie verstreut lagen.

Stets zeigte sich das Gelingen der Molekülaufnahme erst bei der Betrachtung des Negatives durch eine Lupe oder im Vergrößerungsapparat. Die Grenze für die Erkennbarkeit von Eiweißmolekülen liegt heute etwa bei einem Molekulargewicht von 50000, solange mit den normalen Objektträgerfolien gearbeitet und auf eine *Anfärbung der Eiweißmoleküle durch An- oder Einlagerung von höchst dispersem Metall* verzichtet wird. Bei Arbeiten zur Ausbildung solcher Färbeverfahren, die vom Verfasser gemeinsam mit dem Kaiser-Wilhelm-Institut für Biochemie unternommen wurden, zeigten sich zwei verschiedene Wege. Der eine läuft auf eine *spezifische Anfärbung bestimmter chemischer Gruppen* hinaus und ermöglicht gewisse Einblicke in den chemischen Aufbau. Wesentlich größere Metallmengen, die das Vielfache des Gewichtes der zu färbenden Objekte betragen können und die somit erst eine kräftige Kontraststeigerung bewirken, lassen

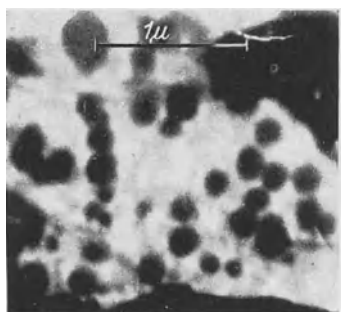


Abb. 354. Virus der Ektromelie der weißen Maus aus der Lymphe einer erkrankten Pfote. (Aufnahme Siemens.)

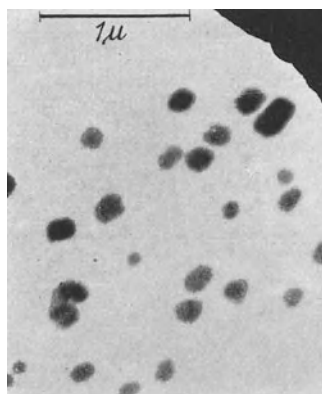


Abb. 355. Virus der Ektromelie der weißen Maus, gereinigtes Präparat. (Aufnahme Siemens.)

sich auf dem zweiten Wege durch *Metallisieren des ganzen Objektes* zur Anlagerung bringen. Es besteht heute kein Zweifel mehr, daß durch Anwendung der Metallanfärbung die obige Erkennbarkeitsgrenze herausgeschoben und die Güte der Abbildung von Proteinmolekülen erheblich verbessert werden kann. Das gleiche gilt auch für die Sichtbarmachung von *Virusproteinen*, die in den folgenden Zeilen behandelt werden soll.

Die Bezeichnung *Virus* ist ein methodisch bedingter Sammelname für infektiöse Agenzien, die imstande sind, feinporige, für Bakterien undurchlässige Filter zu durchdringen, und die die Fähigkeit besitzen, sich in Gegenwart lebender Zellen zu vermehren. Die Größe der Viren wurde bisher hauptsächlich durch Verwendung von Filtern bekannter Porenweite bestimmt. Sie liegt zwischen den kleinsten Bakterien und den größten chemischen Molekülen. Der Formfaktor der Virusmoleküle wurde nach Messung des Sedimentationsgleichgewichtes aus Molekulargewicht und Sedimentationskonstante umständlich ermittelt. Hier bringt die Elektronenaufnahme in methodischer Hinsicht einen außerordentlichen Fortschritt.

Zahlreiche pflanzliche, tierische und menschliche Krankheiten können auf die Gegenwart eines Virus zurückgeführt werden. Aus der Zahl der pflanzlichen Virusinfektionen hat besonders die Tabakmosaikkrankheit Bedeutung erlangt. Auch die Bakterien sind nicht frei von Viruserkrankungen; die Bakteriophagen, die eine Zerstörung der Bakterien bewirken, können als Virusarten aufgefaßt werden, die auf Bakterien spezialisiert sind. Von den tierischen Krankheiten sei als wichtiges Beispiel die Maul- und Klauenseuche erwähnt. Von den bekanntesten menschlichen Krankheiten seien angeführt Influenza, Masern, Scharlach, Mumps, Gelbfieber, Psittakose und epidemische Kinderlähmung.

Der erste Einsatz des Elektronenmikroskopes zur Aufnahme von Viren erfolgte im Frühjahr 1938 durch F. KRAUSE<sup>1</sup>. Dort wurden Elementarkörperchen der Vakzinelymphe mit einem Durchmesser zwischen 150 und 250 m $\mu$  abgebildet. Schon wenig später gelangen Aufnahmen wesentlich höherer Bildgüte von einigen bis dahin ohne Anfärbung unsichtbaren Viren<sup>2</sup>. Zwei der zuletzt zitierten

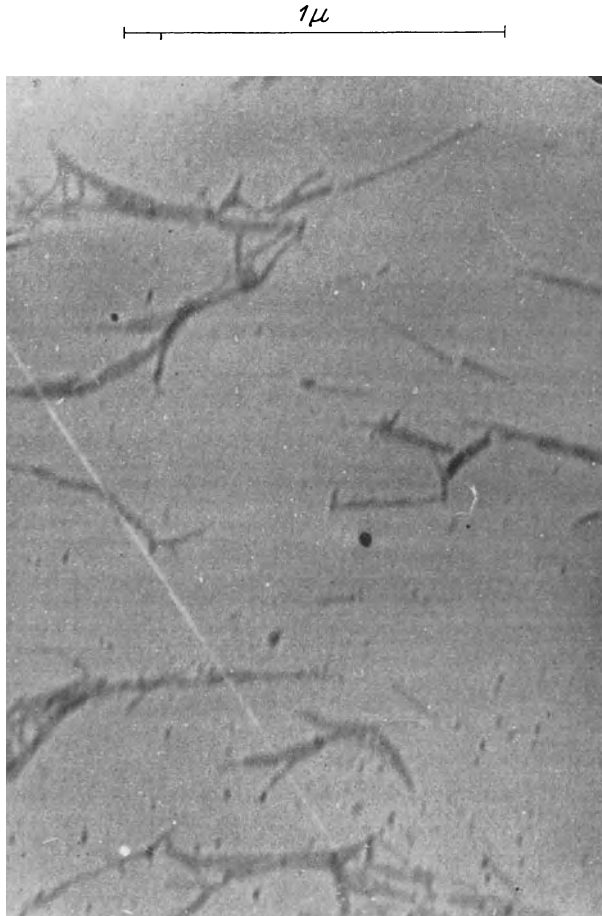


Abb. 356. Tabakmosaikvirus. Konzentration der Virussubstanz in dem auf der Folie aufgetrocknetem Tropfen  $10^{-2}$  g/cm<sup>2</sup> H<sub>2</sub>O. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat SCHRAMM-v. ARDENNE.)

Arbeit entnommene Bilder von *Viren der Ektromelie der weißen Maus* sind in Abb. 354 und 355 gebracht. Bei dem zweitgenannten Bilde, das die Substanz wesentlich klarer hervortreten läßt, handelt es sich um ein Präparat, das nach einem in der zitierten Arbeit gegebenen Rezept gereinigt worden ist.

Pflanzliches Virus von wesentlich kleineren Abmessungen wurde erstmalig von KAUSCHE, PFANKUCH und RUSKA elektronenmikroskopisch abgebildet<sup>3</sup>. Die

<sup>1</sup> KRAUSE, F.: Aufnahmen von Viren mit dem Elektronenmikroskop. Naturwiss. Bd. 26 (1938) Heft 8 S. 122.

<sup>2</sup> BORRIES, B. v., E. RUSKA u. H. RUSKA: Bakterien und Virus in übermikroskopischer Aufnahme. Klin. Wschr. Bd. 17 (1938) Heft 27 S. 921.

<sup>3</sup> KAUSCHE, G. A., E. PFANKUCH u. H. RUSKA: Die Sichtbarmachung von pflanzlichem Virus im Übermikroskop. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 18 S. 292.

genannten Autoren bildeten neben *Aggregaten von Kartoffel-X-Virus Aggregate und Einzelfäden von Tabakmosaikvirus* ab<sup>1</sup>.

Die kleinsten Einzelfäden hatten eine Länge von 0,15 bzw. 0,3  $\mu$  bei einer Dicke von 15  $\mu$ . In der angegebenen Arbeit wird ausführlich die Annahme begründet, daß es sich bei diesen Stäbchen um die Moleküle des Tabakmosaikvirus handelt. Die Dimensionen dieser Stäbchen stehen in guter Übereinstimmung mit dem auf Grund der Ultrazentrifugation und der Röntgenographie abgeschätzten Daten.

„Kristalline“ Aggregate und Einzelfäden des Tabakmosaikvirus sind in Abb. 356 abgebildet. Das Präparat wurde aus einer hoch gereinigten Viruslösung der angegebenen Konzentration durch Auftrocknung auf der Objektträgerfolie erhalten. Die auf dem Bilde sichtbare Ausrichtung ist offenbar auf einen Strömungsvorgang während des Trockenprozesses zurückzuführen. Größere Aggregate von Tabakmosaikvirusprotein sind elektronenoptisch in einer Arbeit von KAUSCHE und RUSKA<sup>2</sup> photographiert. Die Aggregation ist hier als eine zunächst in linearer Verkettung und dann in seitlicher Aneinanderlagerung bestehende Reaktion (vergleiche auch Abb. 356) zu erkennen, die sich stetig fortsetzen kann

bis zur Bildung von lichtmikroskopisch und weiter unmittelbar sichtbaren „Kristallen“. Innerhalb der parallel geordneten Aggregate sind jedoch unregelmäßig liegende Moleküle sichtbar. Die genannten Autoren folgern daher aus den Elektronenbildern, daß die Nadelgebilde des gefällten Tabakmosaikvirusproteins nur parakristalline Aggregationen von Kristallmolekülen darstellen. Allein das Elektronenmikroskop hat diese Deutung ermöglicht, denn die gleichen Nadeln erschienen lichteoptisch auch bei den stärksten Vergrößerungen als völlig homogen. Die Verhältnisse haben große Ähnlichkeit mit denen, die oben (Aufnahme Abb. 326) bei  $\beta$ -Polyoxymethylenkristallen festgestellt und ausführlicher besprochen wurden.

In einer weiteren Arbeit zeigen die gleichen Autoren die *Adsorption von Metallkolloiden an Eiweißkörpern* durch das Beispiel der Reaktion kolloides Gold-Tabakmosaikvirus<sup>3</sup>. Die bildmäßige Darstellung der Anlagerungsvorgänge,

<sup>1</sup> Vgl. auch H. RUSKA, B. v. BORRIES u. E. RUSKA: Die Bedeutung der Übermikroskopie für die Virusforschung. Arch. ges. Virusforsch. Bd. 1 (1939) Heft 1 S. 155.

<sup>2</sup> KAUSCHE, G. A. u. H. RUSKA: Die Struktur der „kristallinen Aggregate“ des Tabakmosaikvirusproteins. Biochem. Z. Bd. 303 (1939) Heft 3/4 S. 221.

<sup>3</sup> KAUSCHE, G. A. u. H. RUSKA: Die Sichtbarmachung der Adsorption von Metallkolloiden an Eiweißkörper. Kolloid-Z. Bd. 89 (1939) Heft 1 S. 21.

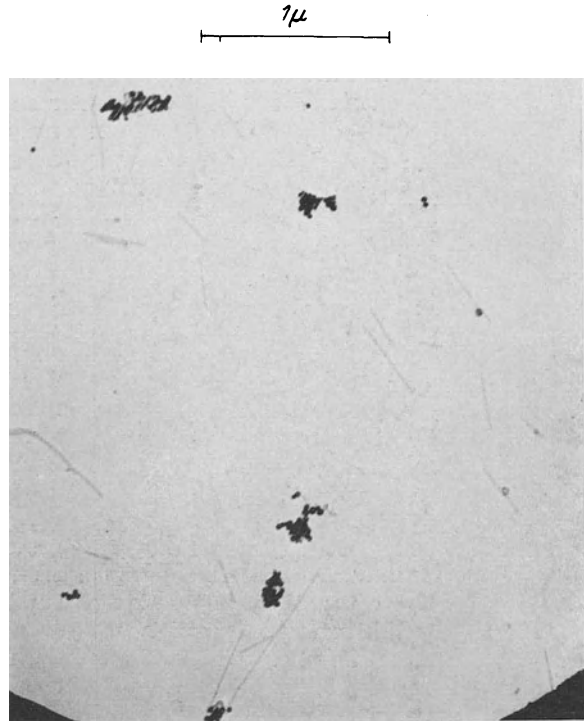


Abb. 357. Reaktionsloses Gemisch von Goldteilchen und Tabakmosaikvirusprotein. (Aufnahme Siemens, Präparat KAUSCHE-RUSKA.)



die für differential-diagnostische Zwecke besondere Bedeutung haben, verlangt besonders gut gereinigte Kolloide und allergrößte Sauberkeit bei der Folienherstellung, damit keine Störungen durch undefinierte dritte Substanzen erfolgen. Ein der zitierten Arbeit entnommenes Bild, das vorbildliche Sauberkeit in der Präparierung erkennen läßt, bringt Abb. 357. Weitere Bilder, die die

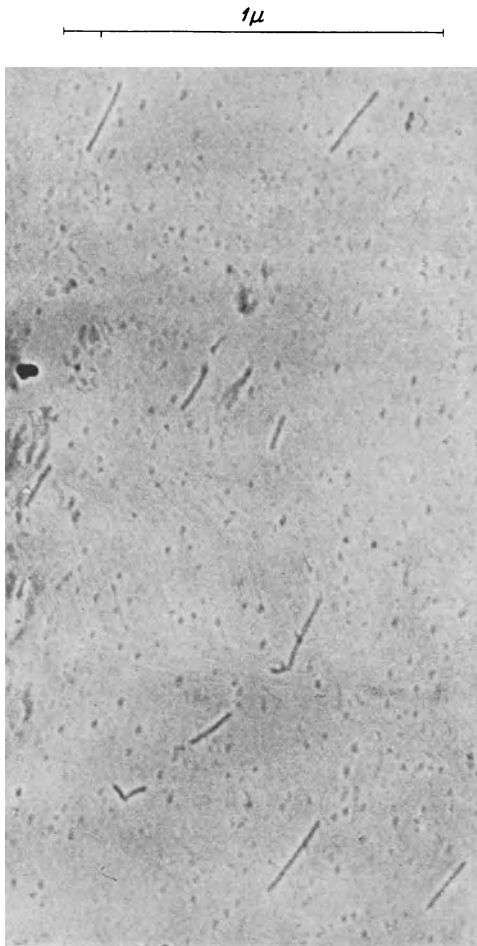


Abb. 358. Einzelstäbe von Tomatenmosaikvirus. Konzentration vor der Auftrocknung  $10^{-5}$  g/cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat SCHRAMM.)

verschiedenen Phasen der erwähnten Goldsolreaktion zeigen, finden sich in der Originalarbeit. Interessant ist die Feststellung, daß das Ergebnis der Reagenzglasreaktion hier durch die Präparations- und Mikroskopiertechnik nicht beeinflußt wird.

Das Bild eines neuen, im Kaiser-Wilhelm-Institut für Biochemie von G. SCHRAMM rein aus *Tomaten* isolierten *Virus* zeigt Abb. 358. Die kürzesten auf dem Bilde sichtbaren Einzelstäbe stimmen in ihren Abmessungen gut überein mit den bisherigen Ergebnissen von Versuchen, die Dimensionen der Moleküle dieses Virus nach anderen Methoden zu ermitteln. Im gleichen Bilde sehen wir neben zur Scharfstellung eingestreuerten kolloidalen Metallpartikeln in regelloser Verteilung runde Teilchen, die als Moleküle (von kleinerem Durchmesser, jedoch höherer Dichte als Hämo-cyanin) anzusprechen sind.

Ein weiteres aus der gleichen Lösung, jedoch mit 10mal stärkerer Konzentration hergestelltes Präparat zeigt die Aufnahme Abb. 359. Die runden Partikel haben sich hier zu einer monomolekularen Schicht vereinigt, die nur an einigen Stellen aufge-rissen ist. Aus dieser Beobachtung ist zu folgern, daß diese Partikel

nicht von der Folienherstellung herrühren, sondern schon in der benutzten Viruslösung enthalten sind. Die Virusstäbe selbst haben sich hier in sehr charakteristischer Weise, zum Teil in Form von Ketten, neben- und aneinander gelegt. Hervorzuheben sind auf diesem Bilde auch die aus einer Vielzahl von Punkten gebildeten Ringe, die sich an der Virussubstanz anzulagern scheinen.

Wie schon einleitend angedeutet, hat die elektronenmikroskopische Untersuchung des *Vorganges der identischen Verdoppelung* des Virusmoleküles ganz besonderes Interesse. Hierzu ist es zweckmäßig, Virussubstanz aus frühen Entwicklungsstadien auf den Objektträger zu bringen. Nachdem beispielsweise der Gehalt von Tabakmosaikvirusprotein in der Wirtspflanze auf  $3 \cdot 10^{-3}$  Gewichtsteile des Pflanzenmaterials ansteigen kann, dürfte es sehr wohl mög-

lich sein, die Virusstäbchen unmittelbar im geeignet vorbehandelten Pflanzensaft sichtbar zu machen und auf diese Weise den Vorgang der Vermehrung chemischer Moleküle in Gegenwart lebender Zellen durch Momentbilder zu beobachten. Im Zusammenhang mit Untersuchungen an dem Vermehrungsvorgang hat die statistische Verteilung der Größen (insbesondere der Längen der hier bevorzugt besprochenen Stäbchen von pflanzlichem Virus) erhebliche Bedeutung. Bei genaueren Auswertungen ist darauf zu achten, daß nicht selten



Abb. 359. Einzelstäbe und Ketten von Tomatenmosaikvirus. Konzentration vor der Auftrocknung  $10^{-4}$  g/cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>O. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat SCHRAMM.)

die Folie starke Wellungen aufweist und daher Stäbchen, die in stärker geneigten Folienbereichen liegen, im Bilde verkürzt erscheinen können. Die Stereoaufnahme gibt hier Aufschluß über Vorhandensein, Verteilung und Amplitude solcher Wellungen im Gesichtsfeld.

Bei einem Versuch, mit dem Universal-Elektronenmikroskop die *Viren der Maul- und Klauenseuche* sichtbar zu machen, ließen schon die ersten Aufnahmen (Präparat L. C. O. WALDMANN) runde, zum Teil aggregierte Teilchen von etwa 30 m $\mu$  Durchmesser erkennen. Infolge ihrer geringen Dichte hoben sie sich jedoch kaum deutlicher von der Folie ab als die Hämozyaninmoleküle in Abb. 268. Der ganze Charakter der mit verschiedenen Verdünnungen durchgeführten Aufnahmen stimmte mit der vorgenannten Abbildung überein. Bei dem heutigen Stand der Übermikroskopie unterscheidet sich also das Aussehen solcher Teilchen nicht von anderen Eiweißmolekülen gleicher Größe. Erst wenn es gelingt, *spezifische* Reaktionen oder Metallanfärbungen für die verschiedenen an der Erkennbarkeitsgrenze liegenden Viren und Eiweiße heranzuziehen, erscheint

eine Differentialdiagnose dieser Systeme in Verbindung mit elektronenmikroskopischen Bildern möglich.

## 2. Untersuchung von Bakterien.

In der Bakteriologie spielt bekanntlich die mikroskopische Bestimmung von Größe und Gestalt der Bakterien eine überragende Rolle. Nachdem die meisten Bakterien Abmessungen besitzen, die nur wenig oberhalb des lichtmikroskopischen Auflösungsvermögens liegen, waren diese Bestimmungen in der Vergangenheit stets sehr schwierig. Die Tatsache, daß in vielen Fällen erst durch Färbung ein ausreichender Kontrast erzielt wird, sei hier ebenfalls mit

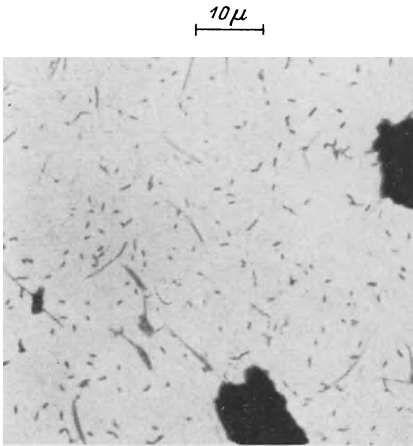


Abb. 360. Erstes elektronenmikroskopisches Bakterienbild, *Chromobacterium prodigiosum*. (Aufnahme MARTON 1937.)

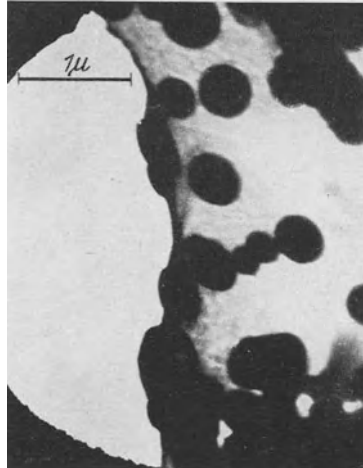


Abb. 361. *Streptococcus viridans*. (Aufnahme Siemens.)

angeführt. Als daher die Möglichkeit auftauchte, Objekte durch Elektronenstrahlen mit höherer Auflösung abzubilden, wurden bald Elektronenbilder von Bakterien hergestellt. Seither sind die Bakterien beliebte Objekte der Elektronenmikroskopiker, obwohl sie infolge ihrer Wandlungsfähigkeit und der oft gegebenen Unschärfe ihrer Konturen wenig definierte Objekte darstellen. Der tiefere Grund für ihre Bevorzugung mag darin liegen, daß sie als kleinste, im Lichtmikroskop sichtbare Objekte besonders anschaulich die Mehrleistung des Elektronenmikroskopes uns vor Augen führen. Die *erste elektronenmikroskopische Bakterienaufnahme*, die von MARTON 1937 veröffentlicht wurde<sup>1</sup>, zeigt Abb. 360. Das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskopes ist auf diesem ersten Bilde erreicht, aber noch nicht überschritten. Schon 1 Jahr später gelangen mit dem Siemens-Übermikroskop eine große Anzahl teilweise auch in diesem Abschnitt wiedergegebener Bakterienbilder<sup>2</sup>, die einen wesentlichen Fortschritt im Auflösungsvermögen gegenüber dem Lichtmikroskop erkennen lassen. Neuere Siemensbilder, die wiederum einen erheblichen Fortschritt im Auflösungsvermögen zeigen, standen dem Verfasser leider nur in relativ wenigen Fällen (z. B. Abb. 357) zur Verfügung. Zur Beurteilung der Bildeigenschaften sei der Leser daher ausdrücklich auf das Abbildungsmaterial in den

<sup>1</sup> Vgl. auch L. MARTON: Bemerkungen zu der Arbeit: Einige praktische Anwendungen der Elektronenoptik. Röntgenprax. Bd. 10 (1938) Heft 4 S. 352 und die dort angegebene Literatur.

<sup>2</sup> BORRIES, B. v., E. RUSKA u. H. RUSKA: Übermikroskopische Bakterienaufnahmen. Wiss. Veröff. Siemens-Werk Bd. 17 (1938) Heft 1 S. 107.

Originalarbeiten verwiesen, die der Verfasser möglichst lückenlos zu zitieren sich bemüht hat.

Bekanntlich werden in der Bakteriologie drei Hauptfamilien der Bakterien unterschieden, die durch ihre Gestalt charakterisiert sind: die kugelförmigen *Kokken*, die durch abgerundete, walzenförmige Stäbchen gebildeten *Bazillen* und die schraubenförmig gewundenen *Spirillen*. Aus diesen drei Hauptfamilien sollen im Rahmen dieses Buchabschnittes einige Bakterienarten herausgegriffen und an ihnen eingehender Leistungsvermögen und Leistungsgrenze der elektronenmikroskopischen Methode erläutert werden.

Ältere Bilder von drei verschiedenen *Kokkenarten* sind in den Abb. 361, 362 und

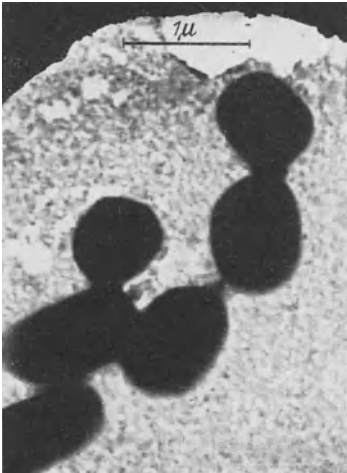


Abb. 362. Mikrocooccus flavus. (Aufnahme Siemens.)

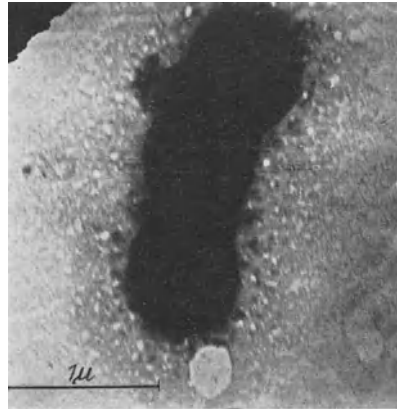


Abb. 363. Staphylococcus aureus. (Aufnahme Siemens.)

363 abgebildet. Bemerkenswert ist auf dem erstgenannten Bilde die Anwesenheit von Kokken verschiedener Größe. Alle drei Bilder zeigen zahlreiche Einzelheiten des Umrisses, die lichtmikroskopisch nicht zu sehen sind. Teilweise ist auch neben den Erregern auf der Folie eine bis dahin unbekannte Umwelt zu beobachten. Dies gilt besonders für die Abb. 363, die den *Eitererreger* darstellt. Eine weitere Aufnahme von Staphylokokken bringt Abb. 364. Auf diesem Bilde finden sich neben den Kokken keinerlei Fremdpartikel. Aus dem Vergleich beider Aufnahmen ist zu entnehmen, wie stark das Aussehen der Elektronenbilder von Unterschieden bei der Präparation, im Alter der Bakterien, in der Art ihrer Abtötung und Fixierung usw., beeinflußt werden kann.

Zwei verschiedene Typen des Erregers der epidemischen Genickstarre sind in den Elektronenbildern Abb. 365 und 366 dargestellt<sup>1</sup>. Die beiden auf dem gleichen Nährboden gezüchteten und nahezu gleichaltrigen Keime unterscheiden sich deutlich sowohl in der Größe (Typ I größer als Typ II) und vor allem auch in ihrem Entwicklungsstadium. Bei Typ I ist eine ganze Anzahl von dünneren Keimen mit Körnelung vorhanden, die von der Elektronenstrahlung gut durchdrungen werden. Entsprechende Keime fehlen in der Aufnahme von Typ II vollkommen. Während man diese Unterschiede lichtmikroskopisch mit Hilfe von Färbemethoden nur bei großer Erfahrung erkennen kann, sind diese morphologischen Unterschiede im Elektronenmikroskop auch für den ungeübten Beob-

<sup>1</sup> JAKOB, A. u. H. MAHL: Anwendung des Übermikroskopes in der Bakteriologie, insbesondere für Versuche der Kapseldarstellung. Sonderdruck Jb. AEG-Forschung Bd. 7 (1940) Heft 1 S. 31.

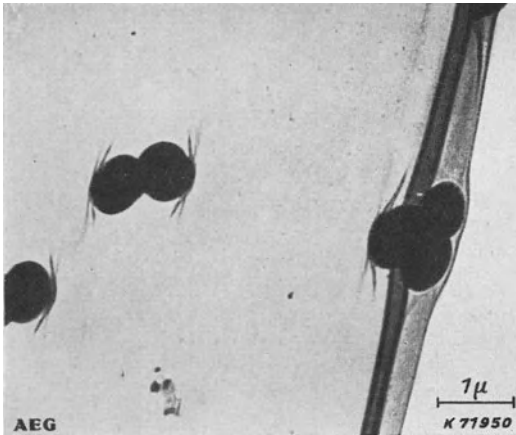


Abb. 364. Ein anderes Elektronenbild von Staphylokokken. (Aufnahme AEG.)

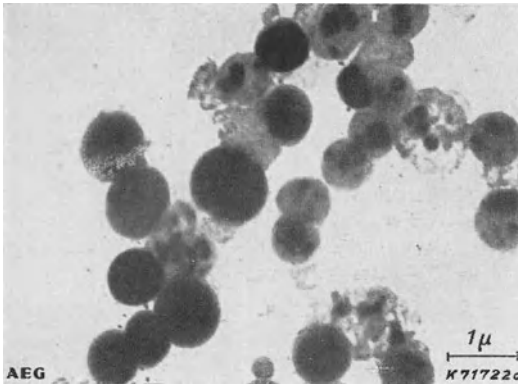


Abb. 365. Meningokokken Typ I. (Aufnahme AEG.)

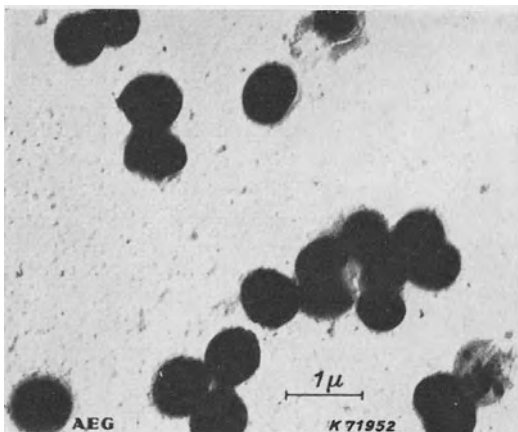


Abb. 366. Meningokokken Typ II. (Aufnahme AEG.)

achter sofort wahrnehmbar, eine Tatsache, die für die zukünftige Typendifferenzierung von hoher Bedeutung werden dürfte.

Bei den meisten Kokken, sowie bei vielen Bazillen erscheint das Bakterieninnere im Elektronenbild völlig schwarz. Um bei der Differenzierung solcher Bakterien nicht nur auf die äußeren Umrisse angewiesen zu sein, wird man hier in der Zukunft z. B. geeignete chemische Hilfsverfahren anzuwenden haben, die das Bakterieninnere auflockern und damit für Elektronen durchsichtiger gestalten. Große Bedeutung besitzt in diesem Zusammenhang die Anwendung höher beschleunigter Elektronen, wie beispielsweise bei der zweiten Ausführung des Universal-Elektronenmikroskopes, wo die Beschleunigungsspannung auf 300 kV gesteigert ist. Bei den Bakterien handelt es sich fast durchweg um Objekte zwischen 0,2 und 1  $\mu$  Dicke. Bei Objekten der entsprechenden Massendicke können, wie im ersten Teil des Buches gezeigt worden ist, innere Strukturen bei den heute üblichen Beschleunigungsspannungen von 60 bis 80 kV, infolge der räumlichen Elektronenstreuung, nicht scharf abgebildet werden. Erst das 300 kV-Universal-Elektronenmikroskop des Verfassers wendet so hoch beschleunigte Elektronen an, daß der Fehler der räumlichen Elektronenstreuung auch bei der Untersuchung von Innenstrukturen der Bakterien und ähnlicher Objekte seine kritische Bedeutung verliert.

Eine mit 65 kV Beschleunigungsspannung erhaltene Aufnahme von *fadenförmigen*

*Kolonien des Bacillus subtilis* bringt Abb. 367. Wieder fehlen bei der Mehrzahl der die Kette bildenden Bazillen Innenstrukturen. Nur in der Mitte der

1 $\mu$



Abb. 367. Fadenförmige Kolonie von Heubazillen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

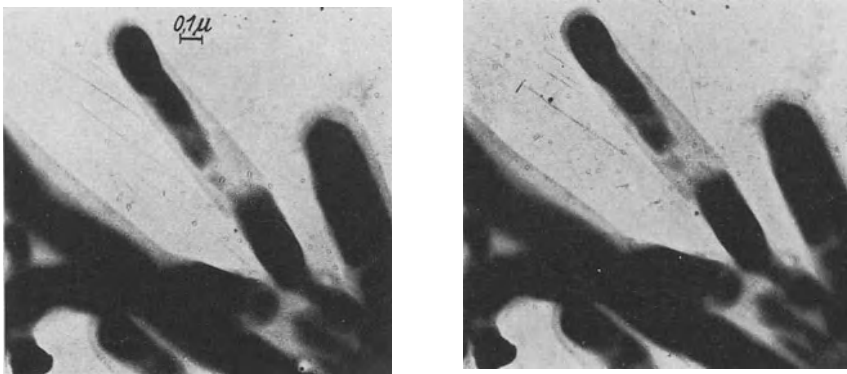


Abb. 368. Stereobild von Heubazillen. 10° Schwenkungswinkel. (Aufnahme v. ARDENNE.)

unteren Bildhälfte sind Bazillen mit sehr eigenartigen Gebilden zu erkennen. In einer Stereoaufnahme dieses Objektes traten die hier vom Bakterienkörper ausgehenden, scheinbar Geißeln tragenden Ansätze, sowie die Substanzzusammenballungen deutlich hervor. Auch die bandartige Verbindung zwischen

diesem Bakterienkörper und der linken Bakterienkette hob sich deutlich ab. Daß es sich bei diesen Verbindungen nicht um Bakterienhüllen, sondern um Substanzen handelt, die unmittelbar auf der Folie aufgetrocknet sind, veranschaulicht das in Abb. 368 wiedergegebene



Abb. 369. Mundbazillus mit Geißel.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)



Abb. 370. Mundbakterium mit feinen Wimpern.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)



Abb. 371. Darmbakterien lichtoptisch (A) und elektronenoptisch (B). (Aufnahme Siemens 1938.)



Abb. 372. Stereobild von peptonisierenden Bazillen.  $12^\circ$  Schwenkungswinkel. (Aufnahme v. ARDENNE.)

*Stereobild* einer anderen Stelle des gleichen *Heubazillenpräparates*. Es scheint sich die Bakteriensubstanz hier um so höher von der Folie zu erheben, je mehr

sie im Bilde geschwärzt ist. Dieses Raumbild und weiter unten gebrachte Stereobilder von Bakterien beweisen die große Hilfe, die die Stereomethode auch bei der Deutung von Bakterienstrukturen gewähren kann.

Ein *geißeltragender Mundbazillus* ist in Abb. 369 photographiert. Auffallend ist hier die sehr scharfe Begrenzung des Bakterienkörpers in Richtung oben rechts und die unscharfe Begrenzung in der entgegengesetzten Richtung.

Ein weiteres *Mundbakterium mit feinen Wimpern* bringt Abb. 370. Die eigentümliche Bewegung, die dieser Bazillus im Leben ausführt, wird offenbar unter Mitwirkung der feinen Wimpern bewirkt, die am Bakterienkörper links unten besonders deutlich sichtbar sind.

Ein älteres Elektronenbild von *Darmbakterien* ist in Abb. 371 B wiedergegeben. Links ist zum Vergleich dieselbe Bazillengruppe lichtmikroskopisch aufgenommen.

Weitere Darmbakterien, die die Aufgabe haben, Eiweiß zu hydrolysieren, sind in dem sehr instruktiven Raumbilde Abb. 372 festgehalten. Hier ist die räumliche Anordnung der Strukturen im durchstrahlten Inneren der Bakterienkörper deutlich zu erkennen. Wieder wie in früheren Bildern scheinen die tiefschwarzen Partien sich stärker aus der Folienebene herauszuheben. Das wesentlich höhere Bildqualität aufweisende Original dieser Stereoaufnahme zeigt weiterhin, daß die Hülle, die den mittleren Bazillus zu umgeben scheint, in Wirklichkeit keine Bakterienhülle ist, sondern offenbar ein Saum vom Bakterienkörper während der Auftrocknungsperiode abgeflossener Substanz.

Eine wirkliche Bakterienhülle besitzt der in Abb. 373 abgebildete *Proteusbazillus*. Ein weiteres Bild dieser Darmbakterien vermittelt Abb. 374. Diese Aufnahme ist sehr interessant, weil sie gerade einen Teilungsvorgang mit charakteristischen Strukturierungen im Inneren der beiden Bakterienkörper erfaßt. Diese Bazillenart wechselt, wie schon ihr Name vermuten läßt, Gestalt und Größe in besonders starkem Maße. Weitere Bilder von *Proteusbazillen* bringen die Aufnahmen Abb. 375. Hier sind deutlich eine große Zahl vom Bakterienkörper ausgehender *Geißeln* zu sehen, deren Dicke in der Größenordnung 20 bis 50  $\mu$  liegt. Hierzu sei darauf hingewiesen, daß die Darstellung von ungefärbten Bakteriengeißeln im Hellfeld der Lichtmikrope nicht und im Dunkelfeld nur unvollkommen möglich ist. Einzelheiten der bei diesem Objekte angewendeten Präparationstechnik finden sich in einer Arbeit von PIEKARSKI und RUSKA<sup>1</sup>, in der noch eine größere Anzahl weiterer Bakterien mit Geißeln abgebildet



Abb. 373. *Proteus*bakterium mit Hülle in geißellosem Zustand aus einer 17 Stunden alten Kultur. (Aufnahme v. ARDENNE.)

<sup>1</sup> PIEKARSKI, G. u. H. RUSKA: Übermikroskopische Darstellung von Bakteriengeißeln. Klin. Wschr. Bd. 18 (1939) Heft 11 S. 383.



sind. Aus diesen Elektronenbildern folgt, daß die Zahl und Länge der Geißeln in vielen Fällen wesentlich größer ist, als man nach den lichtmikroskopischen Untersuchungen früher angenommen hatte.

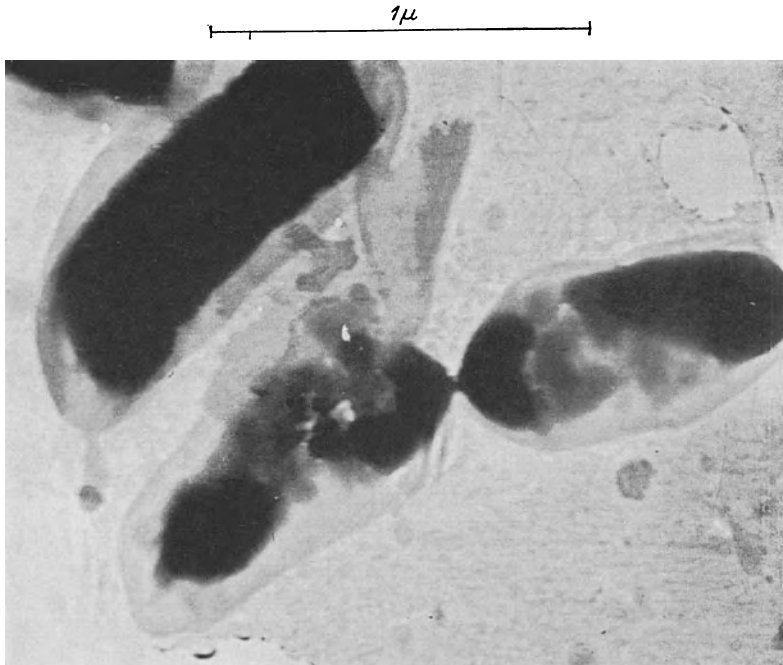


Abb. 374. Teilungsvorgang mit der eigenartigen Strukturierung im Innern der beiden beteiligten Bakterienkörper. Proteusbazillen aus gleicher Kultur. (Aufnahme v. ARDENNE.)

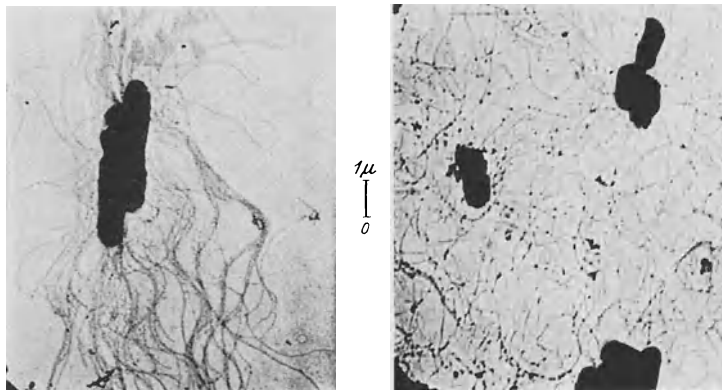


Abb. 375. Proteusbazillen aus verschieden alten Kulturen. (Aufnahme Siemens.)

Ähnlich wie die Proteusbazillen haben auch die *Kolibazillen* die Eigenschaft, daß sie ihr Aussehen häufig verändern<sup>1</sup>. Verschiedene Formen von Kolibakterien sind in den Abb. 376, 377 und 378 aufgenommen. Aus diesen Bildern und weiteren Schirmebeobachtungen folgt, daß es Kolibakterien gibt, die sehr dicht

<sup>1</sup> Vgl. B. v. BORRIES, E. RUSKA u. H. RUSKA: Bakterien und Virus in übermikroskopischer Aufnahme. Klin. Wschr. Bd. 17 (1938) Heft 27 S. 921.



Abb. 376. Elektronenmikroskopische Aufnahme von Kolibakterien. (Aufnahme Siemens 1938.)

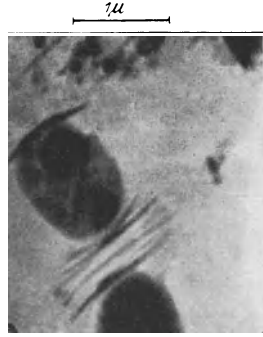


Abb. 377. Weitere Formen von Kolibakterien. (Aufnahme Siemens 1938.)

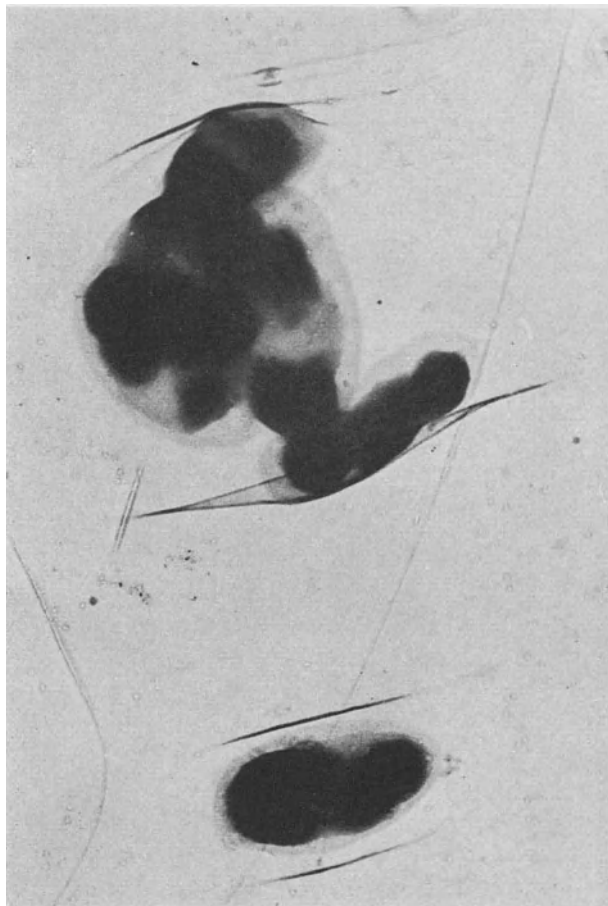
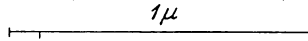


Abb. 378. Neuere Elektronenbild von Kolibazillen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

und völlig homogen erscheinen, ferner solche mit mittelständiger und endständiger Aufhellung und umgekehrt solche, die im ganzen hell erscheinen,

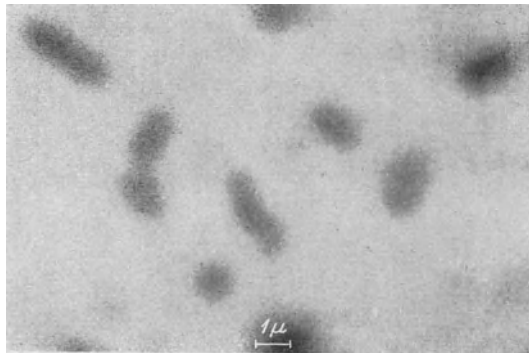


Abb. 379. Lichtmikroskopische Aufnahme (2 mm Apochromat, Ölimmersion,  $n_A = 1,4$ ) von gefärbten Kolibazillen.

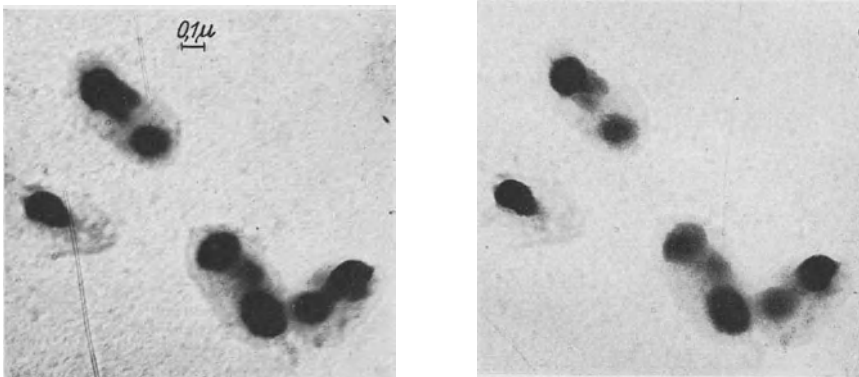


Abb. 380. Stereobild von Kolibazillen, erhalten mit  $12^\circ$  Schwenkungswinkel. (Aufnahme v. ARDENNE.)

1 μm



Abb. 381. Bazillus (Paratyphus A) aus Agar-Agar-Nährflüssigkeit aufgetrocknet. (Aufnahme v. ARDENNE.)

jedoch eine oder mehrere über den Bakterienleib verteilte Verdichtungen verschiedenster Größe besitzen. Eine Vorstellung von der Mehrleistung des Elektronenmikroskopes gegenüber dem Lichtmikroskop vermittelt ein Vergleich von Abb. 378 mit der lichtmikroskopischen Kolibazillenaufnahme Abb. 379. Die

Anordnung der stärker verdichteten Partikel im Inneren der Bakterienkörper enthüllt das *Raubild von Kolibazillen* Abb. 380.

Damit die Bakterien ohne Störung durch Fremdpartikel zur Abbildung gelangen, kommt es darauf an, die Bakterien frei von Nährsubstanz auf die Folie zu bringen. Den charakteristischen Anblick einer Bakterienaufnahme bei Verunreinigungen der Folie durch Nährsubstanz zeigt Abb. 381. Das völlig



Abb. 382. In Zersetzung befindliche Kolibazillen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

klare Aussehen der Folie bei sehr sauberer Aufpräparierung der Bakterien war schon aus Abb. 378 ersichtlich. Besonders schön kommt auf dieser früheren Aufnahme auch die Faltenbildung der Folie infolge des Bakteriengewichtes zum Ausdruck.

Das Ziel der *Aufpräparierung von Bakterien* besteht darin, die letzteren nicht nur frei von Fremdpartikeln, sondern auch in einer vorteilhaften Konzentration auf die Folie zu bringen. Jene Konzentration ist dabei die günstigste, die eine große Anzahl von Bakterien, möglichst isoliert voneinander, im Gesichtsfeld des Endbildes erscheinen läßt. Gerade bei der Vielheit der Formen der einzelnen Individuen läßt erst die Gruppenaufnahme die charakteristischen gemeinsamen Merkmale der Bakterienart hervortreten. Die Präparierung wird

je nach der Aufgabenstellung entweder so vor sich gehen, daß die Bakterien unmittelbar von einem festen Nährboden abgenommen werden oder aber erst vom Nährboden auf eine Nährflüssigkeit übergeimpft und erst nach Ablauf bestimmter Zeiten (Alter der Kultur) von dieser abgenommen werden. In beiden Fällen empfiehlt es sich, die abgenommene Bakterien-substanz in einer geeigneten Hilfsflüssigkeit (in vielen Fällen genügt destilliertes Wasser) zu verdünnen. Ein Tropfen der so erhaltenen Bakterien-aufschwämmung wird auf die

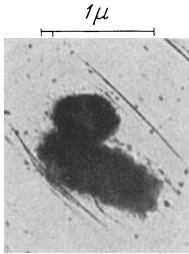


Abb. 383. Typhusbazillen aus einer 1 Tag alten Kultur. (Aufnahme v. ARDENNE.)



Abb. 384. Paratyphus-A-Bazillen aus 8 Tage alter Kultur. (Aufnahme Siemens.)

Folie des Objektträgers gebracht und dort aufgetrocknet. Direkt vom festen Nährboden gelingt es, bei vorsichtigem Abheben mit Hilfe einer sterilen Platindrahtschlinge besonders saubere Präparate zu erzielen. Muß die Bakterien-

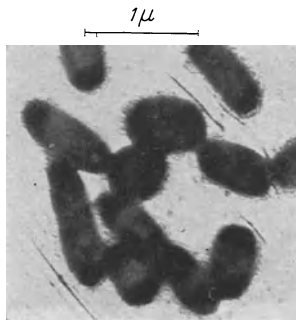


Abb. 385. Paratyphus-B-Bazillen aus einer 1 Tag alten Kultur. (Aufnahme v. ARDENNE.)



Abb. 386. SHIGA-KRUSE-Rubrbazillen. (Aufnahme v. ARDENNE.)

substanz einer Nährflüssigkeit entnommen werden, so ist es ratsam, vor der Auftrocknung durch Zentrifugierung die Bakterien gegenüber der Nährsubstanz anzureichern.

Zur Ausschaltung störender Einflüsse, insbesondere von Zersetzungserscheinungen und Aggregationsvorgängen sollte die Präparatherstellung möglichst unmittelbar nach einer eventuell vorausgegangenen Bakterienabtötung oder nach der Substanzeinbringung in die Hilfsflüssigkeit erfolgen. Das Aussehen eines Kolibakterienpräparates, bei dem diese Vorschrift nicht befolgt war, das heißt wo die Bakterien erst 5 Tage nach einer Abtötung mit Formalin zur Präparierung gelangten, vermittelt Abb. 382. Wir sehen hier charakteristische Anlagerungs- und möglicherweise auch Auflösungserscheinungen.

Es kann kein Zweifel sein, daß die starke Austrocknung, die im Vakuum zwangsläufig stattfindet, und auch die Aufheizung bei längerer Bestrahlung

mit Elektronen gewisse Strukturveränderungen bewirken müssen. Doch scheinen beispielsweise die *Strukturänderungen infolge Aufheizung* überraschend klein zu sein, denn bei visueller Beobachtung der Bakterien unmittelbar nach dem Einschalten der Elektronenstrahlung konnten vom Verfasser merkbare Veränderungen in keinem Falle wahrgenommen werden.

Die morphologische Unterscheidung der verschiedenen Typhusarten bereitet bekanntlich mit dem Lichtmikroskop große Schwierigkeiten. Um zu prüfen, ob durch das Elektronenmikroskop die zum Teil recht umständlichen serologischen oder toxikologischen Trennungsmethoden erspart werden können, sind von den Elektronenmikroskopikern die drei Typhusarten besonders eingehend untersucht worden. Auch bei Anwendung der elektronenmikroskopischen Methode liefert die bildmäßige Unterscheidung zur Zeit noch keine unbedingt sichere Bestimmung der Typhusart, da auch die *Typhus-* und *Paratyphusbazillen* eine große Vielfältigkeit der Formen und Strukturen aufweisen. Charakteristische Exemplare der drei Typhusbazillenarten sind in den Aufnahmen Abb. 383, 384 und 385 wiedergegeben.

Eine sehr charakteristische, langgestreckte Gestalt besitzen die in Abb. 386 photographierten Bazillen der *Shiga-Kruse-Ruhr*. Weitere Elektronenbilder von den verschiedenen Ruhr- und Typhusarten finden sich in den im Rahmen dieses Abschnittes zitierten Arbeiten.

*Gasbrandbazillen* mit kapselartigen Gebilden zeigt Abb. 387. In Fällen, wo aus dem Elektronenbild, nicht so eindeutig wie hier, die Existenz einer Hülle hervorgeht, empfiehlt es sich stets erst aus einer Stereoaufnahme weitergehende Schlüsse zu ziehen.

Verschiedene Stadien des *Bang-Bazillus* sind in Abb. 388 zu sehen. Auf dem rechten Bilde ist offenbar ein in Teilung befindliches Bakterium mit hantelförmigen Innenkörpern aufgenommen. Wie bei allen derartigen Entwicklungsproblemen wird man danach streben müssen, aus Einzelkulturen Bakterien verschiedenen Alters zu untersuchen, da im Elektronenmikroskop die Bakterien nicht lebend während des Ablaufes ihrer Entwicklung beobachtet werden können.

Ein schönes Beispiel für die Darstellung eines Entwicklungsvorganges an Bakterien gibt eine neuere Mitteilung<sup>1</sup>. Durch in verschiedenen Stadien aufgenommene Bilder wird hier gezeigt, wie schon kurze Zeit nach dem Hinzu-

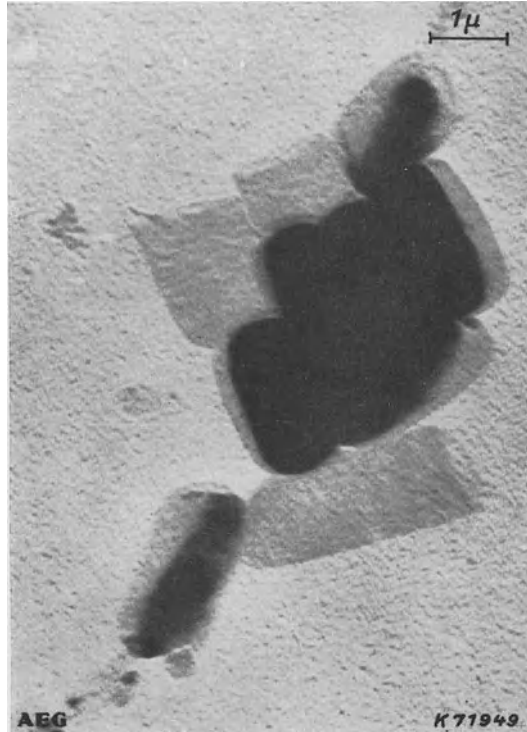


Abb. 387. FRAENKEL'SCHER Gasbrandbazillus mit Kapseln.  
(Aufnahme AEG.)

<sup>1</sup> RUSKA, H.: Die Sichtbarmachung der bakteriophagen Lyse im Übermikroskop. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 3 S. 45.

setzen eines Lysats zu Koli-Bouillon die *Phagen* an die Bakterienmembran adsorbiert erscheinen. In ziemlich raschem Ablauf wird die Hülle zunächst aufgelockert, die Plasmabestandteile treten aus, bis schließlich, mit Ausnahme

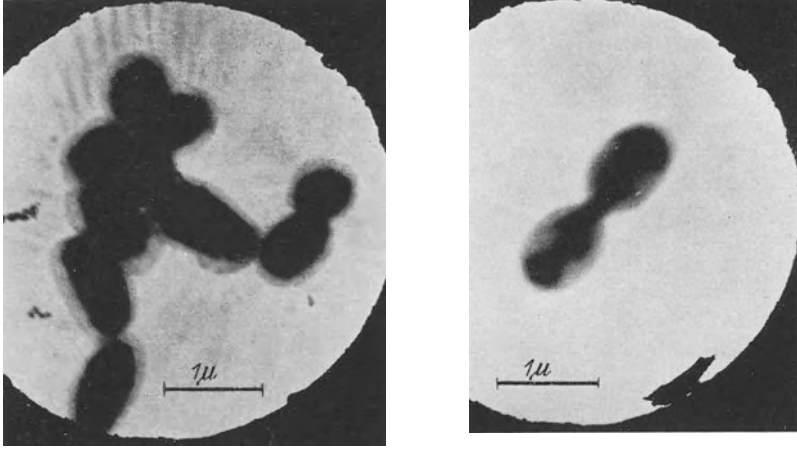


Abb. 388. Verschiedene Stadien des BANG-Bazillus. (Aufnahme Siemens.)

der widerstandsfähigen Keime, völlige Lyse eingetreten ist. Bemerkenswert erscheint die Beobachtung, daß in gewissen Stadien der Lyse an einzelnen Bakterien kristallartige Gebilde sichtbar werden können, die einzeln oder zu



Abb. 389. Teilansicht einer Zahnspirille.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

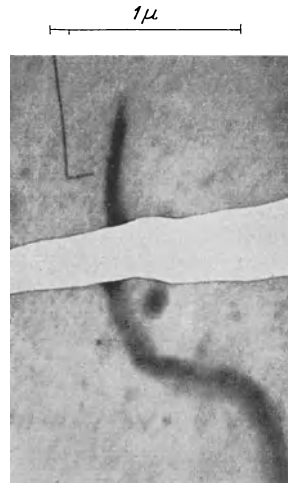


Abb. 390. Durchgerissenes Schwanzende einer Zahnspirille. (Aufnahme v. ARDENNE.)

mehreren ziemlich polar an den Stellen liegen, wo man die Organisationszentren (Nukleotide) der Bakterienzelle annimmt. Auf den Bildern erscheinen die Phagen als kleine runde Körperchen. Bei Anwendung höherer Beleuchtungsintensitäten werden die Phagen ebenso wie die vorerwähnten kristallartigen Gebilde anscheinend durch die Elektronen zerstört, so daß nur noch die Umrisse dieser

Partikel als Abdruck auf der Folie zu sehen sind. In einer weiteren Mitteilung<sup>1</sup> finden sich Elektronenbilder einer hoch gereinigten Koli-Phagensuspension, aus denen hervorgeht, daß die Phagen einen Durchmesser von etwa 60  $\mu$  besitzen.

Die verschiedenen *Spirillen und Spirochetten* sind wegen ihrer geringen Dicke sehr geeignete Objekte für das Elektronenmikroskop. Die Teilansicht einer *Zahnspirille* stellt Abb. 389 dar. Interessant sind hier gewisse innere Strukturierungen und daß bei einzelnen Spirillen am Ende eine feine Geißel von etwa 20  $\mu$  Dicke beobachtet werden konnte. — Das durchgerissene Schwanzende einer Zahnspirille ist auf der Aufnahme Abb. 390 zu sehen. Das Bild ist in mehrfacher Hinsicht bemerkenswert. Es zeigt die feste Haftung der aufgetrockneten Spirille auf der Folie und ferner, daß durch Aufreißen der Folien (dieses läßt sich künstlich durch Anwendung besonders hoher Bestrahlungsintensitäten herbeiführen) ursprünglich zusammenhängende Objekte durchgerissen werden können. Lehrreich auf diesem Bilde ist die Tatsache, daß der Folienrand in voller Schärfe erscheint, nicht dagegen die Konturen der Zahnspirille. Dies ist zurückzuführen auf das Anwachsen von Abbildungsfehlern infolge des ziemlich dichten Folienbelages. Der letztere war bei diesem Objekt dadurch bedingt, daß die Spirille ohne Zwischenschaltung eines Reinigungsprozesses zusammen mit verdünnter Mundflüssigkeit auf der Folie aufgetrocknet wurde.

In den Bildern dieses Buchabschnittes finden sich nur Elektronenbilder von „ungefärbten“ Bakterien. Gerade das individuelle Verhalten gegenüber bestimmten Färbemethoden wird bekanntlich in der Lichtmikroskopie häufig zum Unterscheiden zwischen ähnlichen Bakterienarten benutzt. Inwieweit die klassischen, lichtoptischen Färbeverfahren der Bakteriologie das Aussehen der Elektronenbilder von Bakterien beeinflussen, oder sich andere angepaßte Färbeverfahren auswirken, ist bisher noch nicht untersucht worden.

### 3. Untersuchung von Zellstrukturen.

Die Erforschung der *Zellstrukturen* ist seit den Anfängen der Lichtmikroskopie eine ihrer wichtigsten Aufgaben. Das einfache Elektronenmikroskop und in vielen Fällen auch das Stereo-Elektronenmikroskop sind vorzüglich dazu geeignet, um viele lichtmikroskopisch nicht mehr lösbare Fragen der Zytologie zu klären und neue Einblicke und Erkenntnisse auf diesem für den Menschen so besonders wichtigen Gebiete zu vermitteln. Die elektronenmikroskopische Untersuchung der Zellstrukturen liegt, obwohl schon frühzeitig Vorversuche<sup>2</sup> in dieser Richtung unternommen worden sind, noch ganz in den Anfängen. Daher können aus der unendlichen Themenfülle dieses Sektors nur relativ wenige Beispiele herausgegriffen und in Verbindung mit Elektronenbildern besprochen werden. Zum Teil mag die geringere Tätigkeit der Elektronenmikroskopiker auf diesem Gebiet darauf zurückzuführen sein, daß sehr oft erhebliche Schwierigkeiten bei der Herauspräparation der jeweils interessierenden Strukturen zu überwinden sind.

Die Erforschung von Zellstrukturen erstreckt sich auf die *Untersuchung der Zellkerne, des Zytoplasmas, der Zellmembranen* und schließlich der *Interzellulärsubstanzen und Gewebsflüssigkeiten*.

Schon bei den Elektronenbildern von Bakterien zeigte sich, daß infolge zu großer Massendicke häufig Innenstrukturen mit den üblichen Beschleunigungsspannungen nicht mehr zu sehen sind. Die Massendicke der *Zellen* und der

<sup>1</sup> PFANKUCH, E. u. G. A. KAUSCHE: Isolierung und übermikroskopische Abbildung eines Bakteriophagen. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 3 S. 46.

<sup>2</sup> MARTON, L.: La microscopie électronique des objets biologiques. Bull. Classe Sci. Acad. roy. Belg. Bd. 5 (1936) Heft 12 S. 1336.



*Zellkerne* liegt noch etwa eine Größenordnung höher als die Massendicke der größten und dichtesten Bakterien. Aus diesem Grunde genügt allein die Steigerung der Beschleunigungsspannung hier noch nicht, um neben den äußeren Umrissen innere Strukturen sichtbar zu machen. In diesem Zusammenhang sei jedoch nachdrücklich darauf hingewiesen, daß die Anwendung stark heraufgesetzter Beschleunigungsspannungen gerade für Arbeiten an Zellkernen und

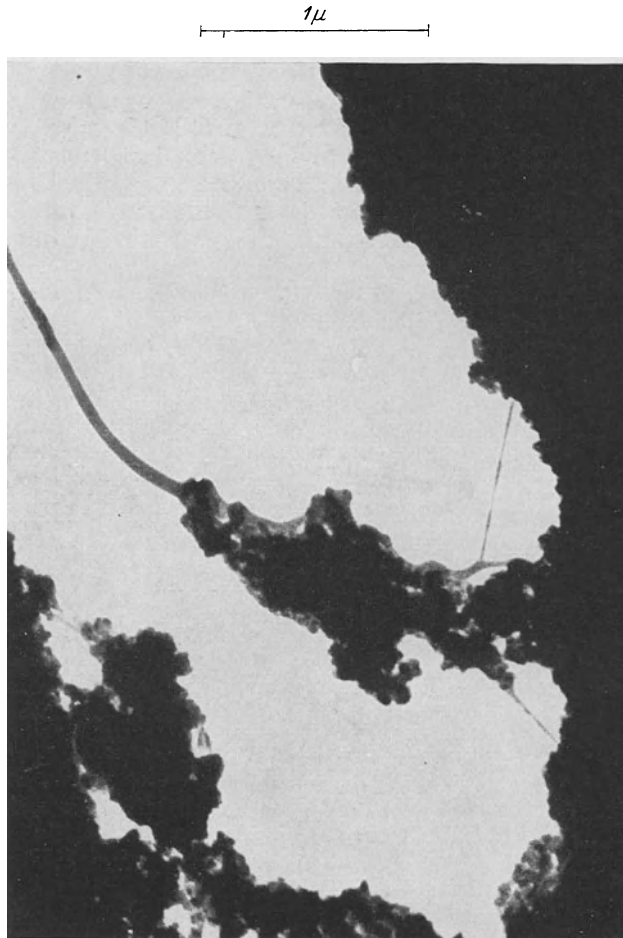


Abb. 391. Innerer Rand einer Speicheldrüsenzelle der *Drosophila-melanogaster* mit eigenartigen Fäden.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

Zellkernbestandteilen außerordentliche Vorteile mit sich bringt, indem der räumliche Streufehler und die chromatischen Fehler stark vermindert und somit der für die Massendicke höchstzulässige Wert gegenüber dem Betrieb mit normaler Beschleunigungsspannung vervielfacht wird. Auch bei den höchsten, in Frage kommenden Beschleunigungsspannungen ist es jedoch noch nicht möglich, wie beim Lichtmikroskop die ganze Zelle oder den ganzen Zellkern unverletzt zu betrachten, sondern man ist gezwungen, durch die im Buchabschnitt L beschriebenen Methoden die wirksame Objektschichtdicke künstlich herabzusetzen. Wie weit bei der jeweiligen Beschleunigungsspannung die wirksame *Massendicke der Objektschicht durch den Präparierprozeß reduziert* werden

muß, damit die Innenstrukturen mit einem bestimmten Auflösungsvermögen abgebildet werden, darüber geben die Kurvendarstellungen im Buchabschnitt B II Auskunft.

Vielfach genügt es, die Umrisse gewisser Zellstrukturen zu sehen und einzelne zufällig dünner gebliebene Zellbestandteile zu betrachten. Ein Beispiel hierfür bringt Abb. 391. Hier ist aus einem Mikrotomschnitt der innere Rand einer *Speicheldrüsenzelle* der *Drosophila-melanogaster* fotografiert. Auf dem Originalabzug sind in den verschiedenen Fäden auffallende periodische Strukturierungen zu beobachten.

Feinste *Chromonemastruktur* vermittelt die Aufnahme Abb. 392. Das Bild zeigt eine Partie aus dem Eikern einer in der Bildunterschrift angegebenen Eizelle. Das Objekt entstammt einem 4  $\mu$ -Mikrotomschnitt und wurde nach Bouin fixiert. Während die Umrandungen der Fädern scharf abgebildet sind, erscheinen die inneren Strukturierungen infolge der räumlichen Elektronenstreuung im Objekt nur mit wesentlich geringerer Schärfe. Erst die Stereoaufnahme vermittelt bei diesem Objekt den wahren Verlauf der Fäden.

Teile aus zerriebenem Material von *Speicheldrüsenchromosomen* der *Drosophila-melanogaster* sind in der Abb. 393 festgehalten. Die auf dem Bilde mitaufgenommenen Kristallnadeln sind möglicherweise während des Präparierprozesses entstandene Zink- oder Kupferazetatnadeln. Wir sehen an diesem Beispiel, daß auch die Methode des Zerreibens für die winzigen Dimensionen der Übermikroskopie durchaus geeignet ist, um aus größeren Systemen bestimmte jeweils interessierende feinere Partikel herauszuholen, ohne daß die letzteren durch das Zerreiben zerstört werden und ihre Form verlieren.

Sehr definierte Objekte werden erhalten, wenn bestimmte interessierende Zellbestandteile mit Hilfe eines Präpariermikroskopes und gegebenenfalls eines Mikromanipulators (z. B. Zeiß-Gleitmikromanipulatur) aus dem Zellsystem herausgelöst und für sich auf eine Objektträgerfolie gebracht werden. Ein in dieser Weise erhaltenes, sehr sauberes Präparat des *Chromosomenstranges* der *Drosophila-melanogaster* ist in Abb. 394 elektronenmikroskopisch abgebildet. Bemerkenswert ist hier die besonders im unteren Bildteil deutlich sichtbare

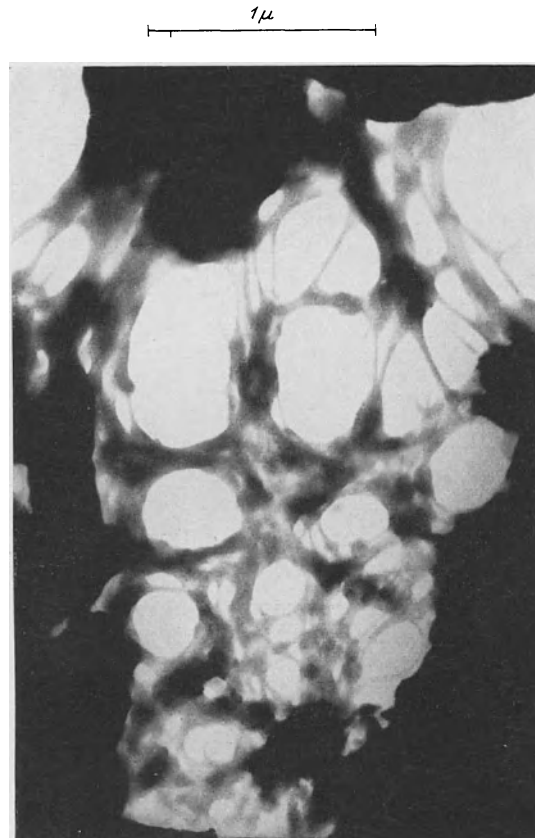


Abb. 392. Partie mit Chromosomenfäden aus einem Eikern.  
Eizelle aus dem Ovar einer 2 Monate alten Maus.  
(Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

Hülle, die den Strang zu umgeben scheint. Möglicherweise handelt es sich hier jedoch um seitlich liegende Chromosomenbündel, die sich von dem Hauptstrang

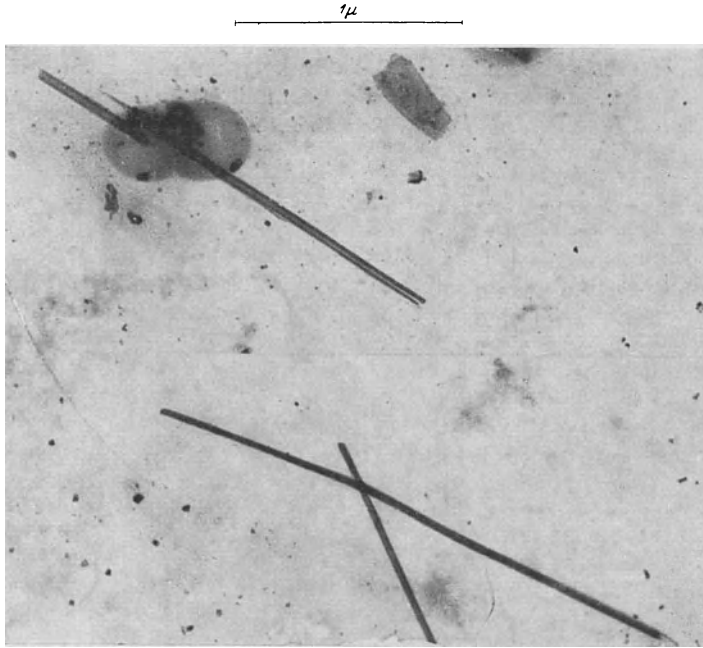


Abb. 393. Teile aus zerriebenem Material von Speicheldrüsenchromosomen der *Drosophila-melanogaster*. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

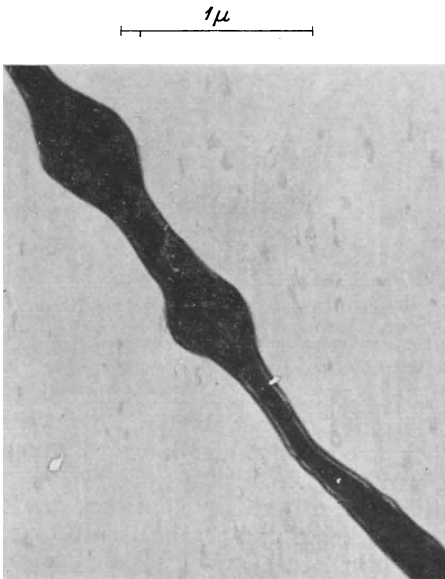


Abb. 394. Chromosomenstrang der *Drosophila-melanogaster* mit Nukleinsäureknoten. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

etwas abgehoben haben und im Bilde nur eine Hülle vortäuschen. Da in Zukunft noch oft ähnliche Präparierungen durchzuführen sein werden, sei im folgenden das bei diesem Objekt benutzte elegante *Präparierverfahren*, das von H. FRIEDRICH-FREKSA (Kaiser-Wilhelm-Institut für Biochemie, Berlin-Dahlem) ausgebildet wurde, referiert:

Zunächst werden die nach üblicher Weise präparierten Speicheldrüsen der *Drosophila-melanogaster* in saurem Medium zerrieben, sodann erfolgt die Isolierung der Kerne mit Hilfe feiner Glasfäden, deren Dicke zweckmäßig etwa gleich dem Kerndurchmesser zu wählen ist, weil dann die Kerne am besten kleben bleiben. Anschließend wird der ausgewählte Kern an die Oberfläche oder den Rand der Präparationsflüssigkeit (45%ige Essigsäure) geführt. Darauf wird

durch mehrfaches Anrühren des Kernes mit dem Glasfaden eine Entwirrung der Chromosomenfäden erzielt, die sich nunmehr auf der Flüssigkeits-

oberfläche ausbreiten. Die einzelnen Fäden besitzen große Klebfähigkeit, und es läßt sich leicht erreichen, daß einer der Chromosomenfäden am Glasfaden haften bleibt. Schließlich erfolgt die Streckung des betreffenden Fadens durch vorsichtiges Herausziehen der Glassonde aus der Flüssigkeitsoberfläche. Nach Auftupfen des freien Endes des Chromosomenfadens auf eine angefeuchtete Objektträgerfolie bleibt der Chromosomenfaden fest auf der Folie liegen und kann nunmehr lichtmikroskopisch und elektronenmikroskopisch betrachtet werden. Nach der Eintrocknung treten die bekannten Nukleinsäurebanden als Knoten hervor.

Zur Sichtbarmachung innerer Strukturen des in Abb. 394 photographierten Chromosomenstranges wurde die Massendicke durch *chemische Auflockerung*

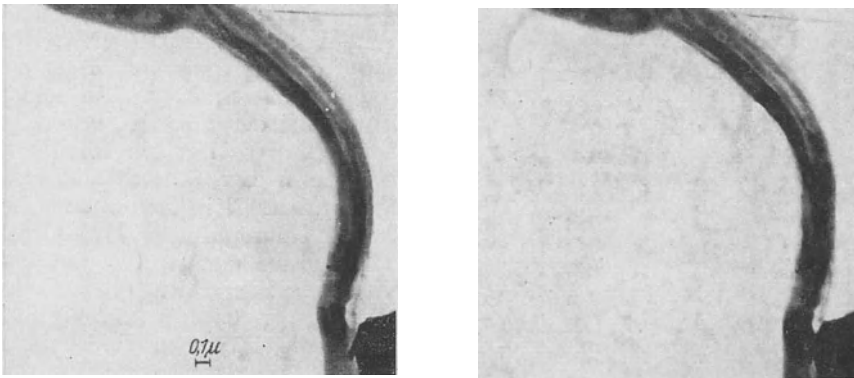


Abb. 395. Stereobild vom Ende eines durch Natronlauge aufgelockerten Chromosomenstranges aus der Drosophila-melanogaster-Speicheldrüse.  $12^\circ$  Schwenkungswinkel. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

herabgesetzt. Das Ergebnis vermittelt die Stereoaufnahme eines Chromosomenstranges Abb. 395. Infolge der Behandlung mit 12%iger Natronlauge haben sich hier die Nukleinsäureknoten abgelöst, und es zeichnen sich jetzt auch im Inneren viele charakteristische Fäden ab. Erst aus dem Stereobild entnehmen wir, daß unten rechts der Chromosomenstrang nicht glatt auf der Folie liegt, sondern hier stark gekrümmt verläuft. Interessant ist, daß die Innenstrukturen des Chromosomenstranges erst dann erschienen, als anschließend an die Natronlaugenbehandlung eine 48stündige Auswaschung des Objektes eingeführt wurde. Nach einstündiger Auswaschung blieb der Chromosomenstrang im Elektronenbilde noch völlig dunkel.

Nächst dem Chromosomengerüst sind als weitere Kernbestandteile die *Nukleolarsubstanz*, sowie der *Kernsaft* zu nennen. Eine wichtige Voraussetzung für die elektronenmikroskopische Erforschung der Nukleolarsubstanz sieht der Verfasser darin, daß *spezielle Anfärbungsverfahren für bestimmte Eiweißbestandteile* ausgearbeitet werden. Kein Zweifel kann darüber bestehen, daß schon in naher Zukunft solche und ähnliche Hilfsverfahren das Anwendungsgebiet der Elektronenmikroskope sehr erweitern werden.

Die Erforschung des *Zytoplasma* erstreckt sich auf die *Plasmagrundsubstanz*, sowie auf die Sichtbarmachung von *Mitochondrien*, *Zentrosomen* und *Chloroplasten*. In der Regel ist bei diesen Komponenten eine geringe Massendicke nach Auftrocknung auf der Objektträgerfolie gegeben, so daß sie dankbare Objekte darstellen.

Als Thema für Arbeiten an der Plasmagrundsubstanz sei die elektronenmikroskopische Prüfung der *Mizellartheorie des Zytoplasmas* genannt. Auch

die *Darstellung der Mitochondrien* (stäbchenförmiger Gebilde, die beispielsweise beim Aufbau der Muskelfasern eine große Rolle spielen) sei hier als Forschungsthema erwähnt.

Runde *Eiweißlamellen* verschiedener Größe, die wahrscheinlich *Bauteile der Chloroplasten* darstellen, sind in Abb. 396 abgebildet. Diese Lamellen konnten

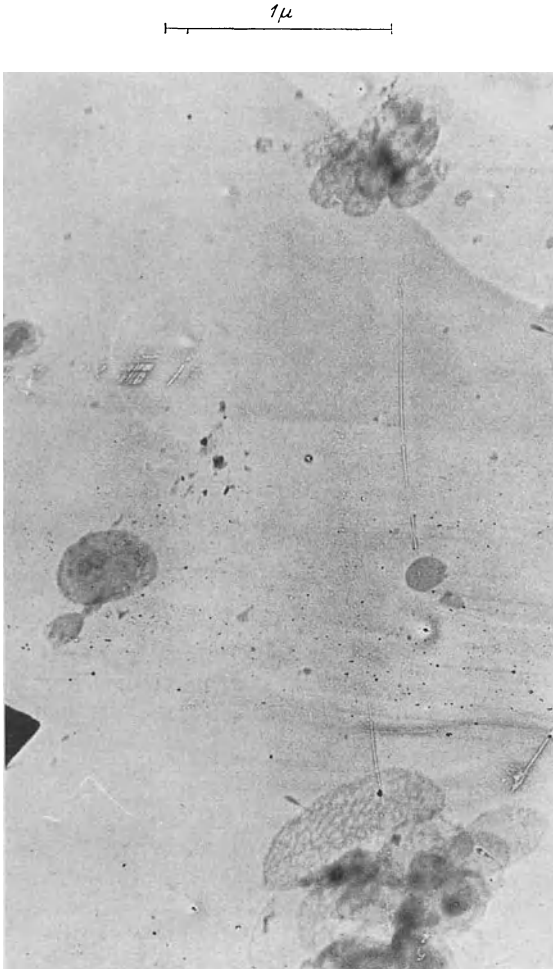


Abb. 396. Blättchenförmige Eiweißteilchen verschiedener Größe, wahrscheinlich Bauteile der Chloroplasten. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat MENKE.)

schon vorher in Suspensionen von Chloroplastensubstanz im Polarisationsmikroskop nachgewiesen werden<sup>1</sup>. Von weiteren, jedoch nicht vorher durch Äther behandelten Objekten wurden Aufnahmen erhalten, die neben den Eiweißlamellen unregelmäßig geformte Aggregate größerer Massendicke zeigten, bei denen es sich vermutlich um die lipoiden Komponenten der Chloroplasten handelt. Die Erforschung der Chloroplasten, die als Organe der Photosynthese im Kreislauf der Natur große Bedeutung haben, scheint durch die elektronenmikroskopische Methode wirksam gefördert werden zu können.

Die Untersuchung von *Zellmembranen*, insbesondere

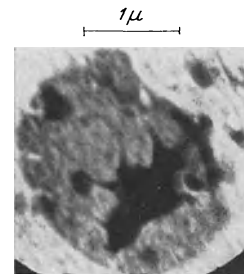


Abb. 397. Blutkörperchenstroma. (Aufnahme v. ARDENNE, Präparat FREKSA.)

der Membranporen ist nach Entfernung des Zell- oder Kerninhaltes leicht möglich. Besonders sei hier an die Darstellung des Aufbaues der Zellulosemembranen der Pflanzen erinnert.

Ein Elektronenbild von *Blutkörperchenstroma*, das deutlich Poren in der Membrane nachweist, ist in Abb. 397 wiedergegeben. Die dieser Aufnahme zugrunde liegenden Blutkörperchen entstammen Hammelblut. Durch ungenügende Reinigung ist auf der Objektträgerfolie eine ziemlich dicke Schicht von Fremdschubstanz mitaufgetrocknet, durch die die Bildschärfe stark herabgesetzt ist.

<sup>1</sup> MENKE, W.: Die Lamellarstruktur der Chloroplasten im ultravioletten Licht. Naturwiss. Bd. 28 (1940) Heft 10 S. 158.

Zu den wichtigsten Interzellulärsubstanzen gehören die Fibrinfäden, die bei dem Gerinnungsvorgang des Blutes eine entscheidende Rolle spielen. An den für die Gerinnung des Blutes weiterhin wichtigen zellartigen Elementen konnte

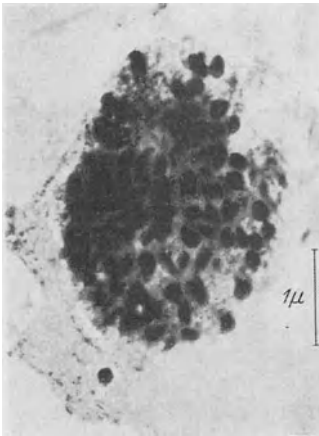


Abb. 398. Blutplättchen.  
(Aufnahme Siemens.)

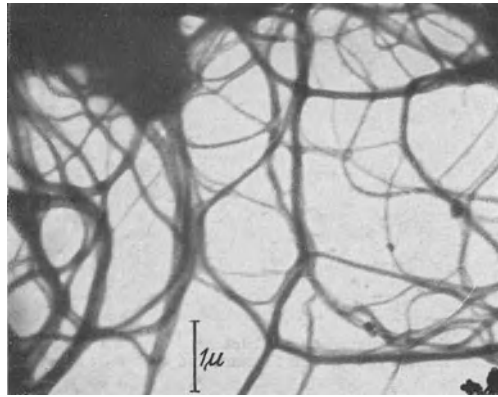


Abb. 399. Feinstruktur des Fibrins. Vorwiegend mizellares Gerüst. Die Haftpunkte der Mizelle sind deutlich. (Aufnahme Siemens, Präparat WOLPERS-RUSKA.)

während des Gerinnungsvorganges eine vermutlich mit der Abnahme gerinnungsaktiver Substanzen verbundene strukturelle Umwandlung des Blutplättchenprotoplasmas aufgezeigt werden<sup>1</sup>. Drei der zitierten Arbeit entnommene Elektronenbilder, die die *Struktur eines Blutplättchens*, den *Feinbau des Fibrins* und das *Blutplättchen als Gerinnungszentrum* zeigen, sind in den Abb. 398, 399 und 400 wiedergegeben. Die in der Arbeit gebrachten Bilder eines gerüstartigen Protoplasmaaufbaues sind der künstlichen Erzeugung besonders dünn-schichtiger Zellausbreitungen zu danken. Mit ihnen findet die moderne Auffassung von festen, wenn auch dauernd in strukturellem und chemischem Umbau befindlichen Protoplasmastrukturen, in deren Zwischenräumen die molekular und kolloidal gelösten Substanzen miteinander reagieren können, eine wesentliche Stütze. Interessant ist, daß das Auftreten des Blutfaserstoffes schon in den ersten Anfängen elektronenmikroskopisch festgehalten werden konnte. So erlaubte die Erkennung der frühesten Gerinnungsstadien, über den Entstehungsmechanismus des Blutgerinnsels

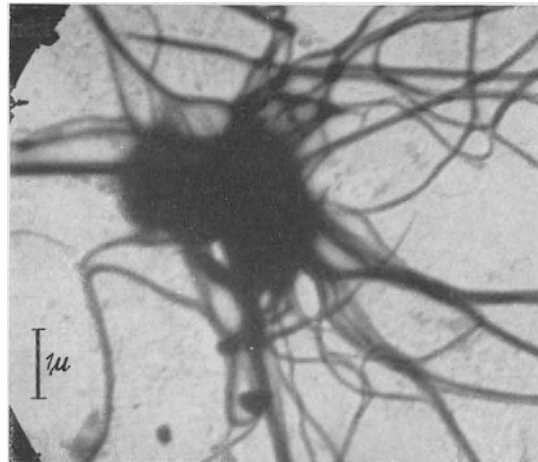


Abb. 400. Blutplättchen als Gerinnungszentrum. Anlagerung von Fibrinmizellen und Mizellbündeln. Heparinplättchenplasma 72 Stunden nach der Blutentnahme fixiert. (Aufnahme Siemens, Präparat WOLPERS-RUSKA.)

<sup>1</sup> WOLPERS, C. u. H. RUSKA: Strukturuntersuchungen zur Blutgerinnung. Klin. Wschr. Bd. 18 (1939) Heft 32/33 S. 1077.

genauere Unterlagen zu gewinnen. Die früher aus polarisationsoptischen und anderen indirekten Methoden gefolgerten Diskontinuitäten im Bereich zwischen

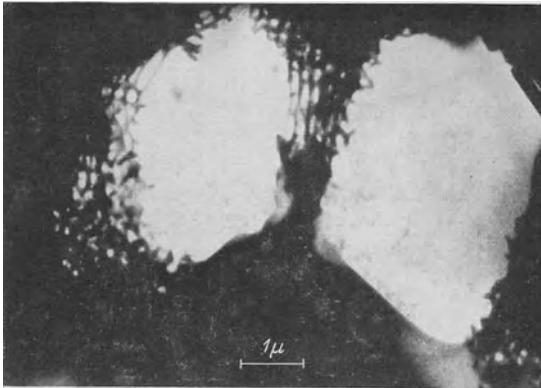


Abb. 401. Wandstruktur einer Kästchenzelle von *Pitta maxima* (Flügeldeckfeder). (Aufnahme Siemens, Präparat FRANK-RUSKA.)

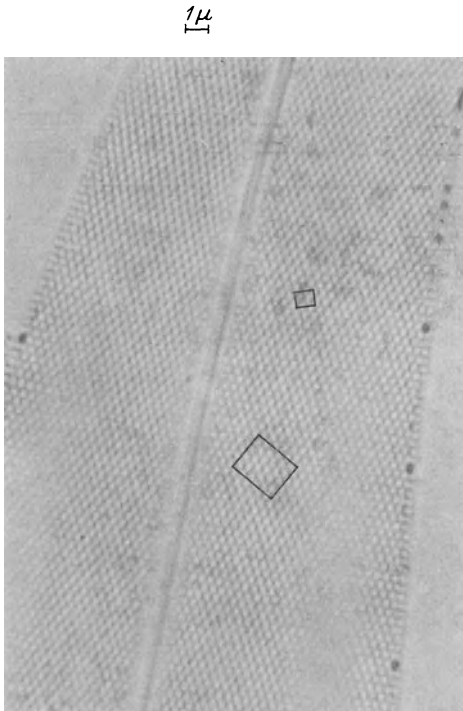


Abb. 402. Mit einer numerischen Apertur von 1,4 und 2 mm-Apochromat aufgenommenes lichtmikroskopisches Bild einer *Pleurosigma-angulatum*-Diatomee. Die eingezeichneten Rechtecke sind die Gesichtsfelder der beiden folgenden Elektronenbilder.

lichtoptisch sichtbaren und molekularen Dimensionen haben durch die zitierte Mitteilung eine direkte Bestätigung erfahren.

Ein sehr wichtiges Gebiet dürfte die elektronenmikroskopische *Erforschung* der *Gewebsflüssigkeiten* werden. In Analogie zum mikroskopischen Blutbild wird man sicherlich sehr wertvolle Einblicke in den Zustand menschlicher und tierischer Organismen gewinnen können aus *elektronenmikroskopischen Blutplasmabildern*, sowie aus *elektronenmikroskopischen Blutserumbildern*. Zuvor wird es jedoch auch hier außerordentlich umfangreicher, streng systematischer Arbeiten bedürfen, ehe weitergehende Schlüsse aus solchen Elektronenaufnahmen gezogen werden können.

#### 4. Untersuchung größerer Objekte.

Die Anwendung des Elektronenmikroskopes zur Untersuchung des Feinbaues größerer biologischer Objekte steckt erst ganz in den Anfängen. Zur Klärung vieler Spezialfragen der Zoologie und Botanik dürfte die elektronenmikroskopische Methode in der Zukunft herangezogen werden. In diesem Zusammenhang seien Untersuchungen an dem *Chitinpanzer der Insekten*, an den *Schuppen der Schmetterlinge*, an dem *Feinbau der Vogelfeder* erwähnt. So konnte beispielsweise aus dem in Abb. 401 gebrachten Elektronenbilde eine wichtige Strukturfrage der Vogelfeder beantwortet werden<sup>1</sup>. Die schwammig-wabige Feinstruktur des Keratins dürfte auch

ein sehr dankbares Objekt für die stereoskopische Betrachtung darstellen.

<sup>1</sup> FRANK, F. u. H. RUSKA: Übermikroskopische Untersuchung der Blaustuktur der Vogelfeder. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 14 S. 229.

Schon das im Buchabschnitt N II enthaltene Stereobild einer Pleurosigma-angulatum-Diatomee beweist nachdrücklich die hervorragende Eignung des Stereo-Elektronenmikroskopes zur *Erforschung* des wahren *Aufbaues* der *Kieselalgen*. Da gerade die Maschen im Panzer der Kieselalgen seit jeher zur Beurteilung des Leistungsvermögens von Mikroskopen und auch von Elektronen-

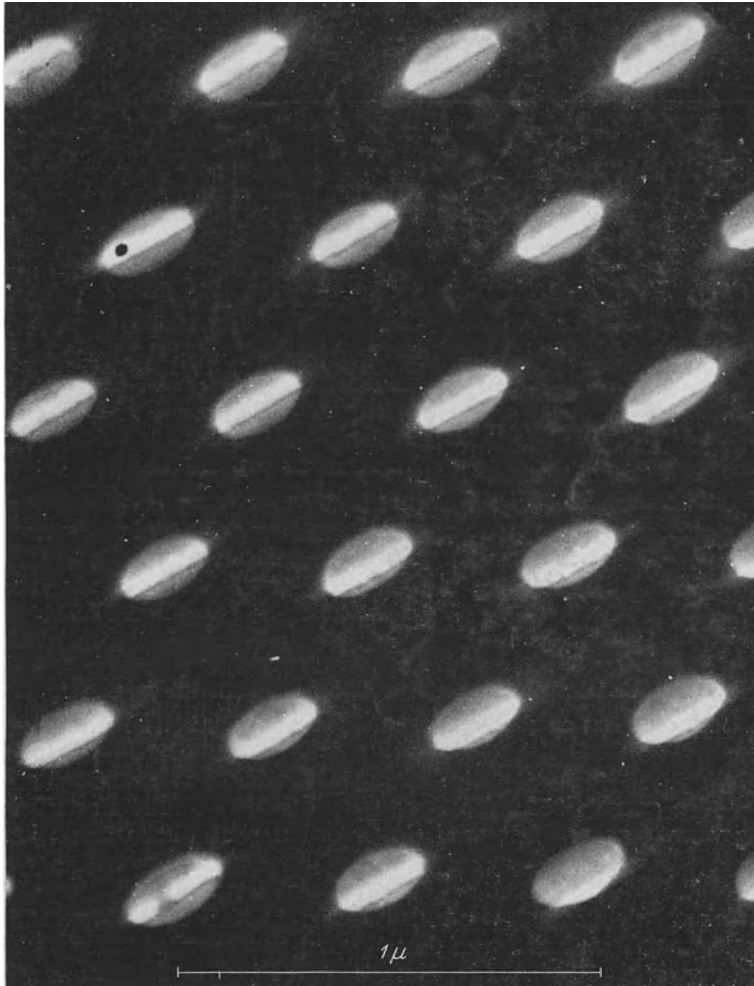


Abb. 403. Elektronenbild der Maschen beider Schalen einer Pleurosigma-angulatum-Diatomee. (Aufnahme v. ARDENNE.)

mikroskopen<sup>1, 2</sup> herangezogen worden sind, sollen zum Abschluß des Buches drei Bilder ein und derselben Diatomee zum Abdruck gelangen, die den ungeheuren Fortschritt vor Augen führen, der durch die elektronenmikroskopische Methode bei der Erforschung des Feinbaues toter und lebender Materie

<sup>1</sup> KRAUSE, F.: Elektronenoptische Aufnahmen von Diatomeen mit dem magnetischen Elektronenmikroskop. Z. Phys. Bd. 102 (1936) Heft 5/6 S. 417.

<sup>2</sup> MAHL, H.: Diatomeen-Aufnahmen mit dem elektrischen Übermikroskop. Naturwiss. Bd. 27 (1939) Heft 23/24 S. 417.



gegeben ist. Abb. 402 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme einer Pleurosigma-angulatum-Diatomee, die unter Verwendung der in der Bildunterschrift angegebenen, ausgezeichneten optischen Mittel erhalten wurde. Die gleiche Diatomee ist elektronenmikroskopisch in Abb. 403 normal vergrößert und in Abb. 404 stärker vergrößert abgebildet. Das Gesichtsfeld beider Elektronenbilder ist in die lichtmikroskopische Abb. 402 eingezeichnet. Wir erkennen, daß das lichtmikroskopische Bild infolge der Beugungserscheinungen einen völlig falschen Eindruck von der Struktur liefert, und empfinden bei dem Vergleich

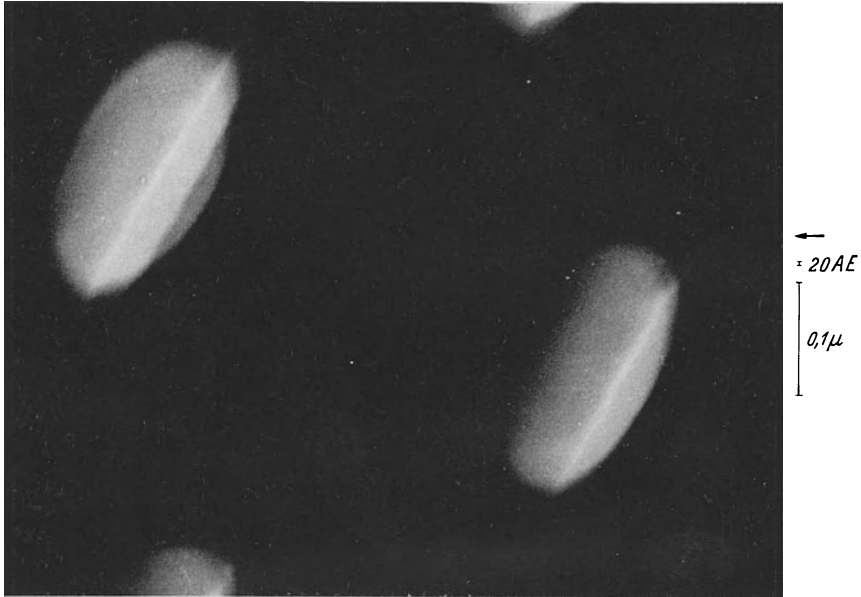


Abb. 404. Elektronenbild der Pleurosigma-angulatum-Diatomee mit 150000facher Vergrößerung.  
(Aufnahme v. ARDENNE.)

der Bilder die ganze Größe des Sprunges, der durch den Fortschritt des Auflösungsvermögens um fast zwei Größenordnungen getan worden ist.

Überblicken wir rückschauend das ganze Gebiet der Elektronen-Übermikroskopie, so scheinen sich zwei Entwicklungsrichtungen abzuzeichnen. Die eine Richtung arbeitet darauf hin, einfache und leicht bedienbare Elektronenmikroskope zu schaffen, die auch in der Hand nicht elektronenoptisch geschulter Kräfte befriedigend arbeiten, und die daher leicht in Forschungsinstituten vieler naturwissenschaftlicher Fachrichtungen eingesetzt werden können. Die andere Richtung stellt die Forderung nach höchstem Auflösungsvermögen voran und ordnet alle anderen Konstruktionsgesichtspunkte diesem einen Ziele unter. Elektronenmikroskopische Anlagen der zweiten Richtung, die naturgemäß besonders weitgehende Einblicke in den Mikrokosmos geben können, werden jedenfalls noch in den nächsten Jahren nur an ganz wenigen Stellen zur Verfügung stehen. Ihre Errichtung ist nicht nur sehr kostspielig, sondern beansprucht zusammen mit dem Anlernen des Bedienungspersonals meist Jahre. Um die wenigen existierenden Anlagen mit höchstem Auflösungsvermögen

sofort der allgemeinen Forschung zu erschließen, ist es den an speziellen Strukturfragen interessierten Wissenschaftlern freigestellt worden, ihre Objekte einzusenden, oder noch besser selbst deren Herstellung in angeschlossenen Präparierlaboratorien und in Zusammenarbeit mit Spezialisten vorzunehmen.

Die in den letzten Abschnitten zusammengestellten Ergebnisse sind an drei bis vier Elektronenmikroskopanlagen im Laufe von ungefähr 2 Jahren erreicht worden. Die Grenze des bisher Sichtbaren ist, wie die Bilder beweisen, weit überschritten. Schon sind zahlreiche Vorstöße in das vom Elektronenmikroskop erschlossene Neuland naturwissenschaftlicher Forschung erfolgreich durchgeführt worden und haben zum Teil Einblicke vermittelt, die zu überraschenden Konsequenzen führen. Vergegenwärtigen wir uns jedoch die ungeheuere Kleinarbeit, durch die erst im Laufe von mehreren Jahrhunderten große Teile unserer heutigen Naturerkenntnis an vielen tausend Instrumenten erkämpft werden konnten, so wird zur Gewißheit, daß die hier besprochenen Ergebnisse nur den ersten Anfang einer großen kommenden Entwicklung darstellen. Fast könnte man glauben, es sei das Mikroskop ein zweites Mal erfunden worden.

## P. Namen- und Sachverzeichnis.

- ABBE, E.** IX, XI, 39.  
 Abbildung mit Durchstrahlung 31.  
 — mit Rückstrahlung 31, 77.  
 — von Kathoden 30.  
 Abschirmung von Objektzonen 104.  
 Abtötung lebender Substanz 105.  
**AEG** 134, 207, 368, 377.  
 Agar-Agar 374.  
 Agfa 28, 29, 91, 117, 120, 121.  
 Aktivkohle 330.  
**ALBADA, L. E. W. v.** 281, 282, 283.  
**ALBERTI, E.** 18.  
 Aluminiumnitrid 311.  
 Aluminiumoxydgel 329.  
**ANGERER, E. v.** 176, 269.  
 Aperturblende 9, 12, 43, 58, 65, 134, 156, 203, 222, 316.  
 Aperturen 32, 34, 35, 43, 58, 66, 77.  
**ARDENNE, M. v.** 7, 10, 11, 20, 23, 26, 32, 38, 39, 46, 58, 62, 69, 70, 77, 81, 98, 105, 116, 122, 132, 133, 158, 162, 163, 166, 185, 208, 209, 210, 230, 232, 236, 240, 258, 259, 265, 276, 277, 281, 282, 283, 284, 288, 301, 303, 325, 332, 338, 346, 355, 358. (Die Seitenzahlen der Elektronenaufnahmen sind hier nicht mit angegeben.)  
 Asbest 330.  
 Asbeststaub 319.  
 Askania 109.  
**ASTON, E. W.** 122.  
 Atome, Abbildung 68, 291.  
**AUER-Gesellschaft** 125.  
 Auflösungsvermögen, Bestimmung 278, 298.  
 — Ergebnisse 38, 206, 207, 208, 209, 252, 298.  
 — Grenzen 38, 47, 58, 80, 97.  
 — Intensitätsfragen 62, 75, 87, 122.  
 — und Gestalterkennbarkeit 296.  
 Aufsichtsbeobachtung 77, 92, 252.  
 Austrittsgeschwindigkeiten von Elektronen 49.  
 Azopigmentfarbstoff 322.
- BÄCHLE, O.** 339.  
 Bakterien 366.  
 Bang-Bazillen 388.  
**BARTEL, H.** 192.  
 Bazillen 369.  
**BECKER, A.** 51.  
**BEISCHER, D.** 278, 294, 295, 301, 302, 303, 307, 325, 328, 332, 338, 341, 351, 352.  
 Belichtungszeit 63, 67, 76, 91, 109.  
 Bentonit 358.  
 Benzopurpurin 320.  
**BETHE, E.** 24, 99.  
 Beugungsfehler 39, 47, 58, 80.  
 Bildfelddrehung 13, 53.  
 Bildkontraste, Entstehung 36, 59, 61.  
 Bleioxydrauch 310, 318.  
 Blendzunge 222.  
 Blutkörperchenstroma 384.  
 Blutplasmabild 386.  
 Blutplättchen 385.  
 Blutserumbild 386.  
**BODE, H.** 127.  
**BOERSCH, H.** 10, 51, 69, 71, 236, 305, 306.  
 Bohrung kleinster Blendlöcher 156.  
**BOMKE, H.** 120.  
**BOOCHS, H.** 51.  
**BORRIES, B. v.** 15, 28, 31, 36, 37, 38, 48, 51, 61, 62, 101, 115, 144, 163, 205, 206, 279, 295, 296, 297, 362, 363, 366, 372.  
**BOTHE, W.** 50, 54.  
**BOUWERS, B. A.** 10, 195.  
**BRAUNSCHE Röhre** 7, 21.  
**BROGLIE, DE** 6, 39.  
 Bromsilberkorn 345.  
**BROWNSCHE** Bewegung 291, 292.  
**BRÜCHE, E.** 1, 7, 8, 31.  
 Buna 339.  
**BUSCH, H.** 1, 7, 14.
- Chloroplasten 384.  
 Chromatischer Auslenkfehler 52, 53.  
 — Fehler 47, 83, 98.  
 Chromosomen 381.
- DAHL** 164.  
 Dampfdrucke 171.  
 Darmbazillen 370.  
**DESSAUER** 196, 198.  
 Diatomeen 387.  
 Dispersoidanalyse 345.  
 Doppelelektronenmikroskop 282.  
 Doppelpolschuhlinse 283.  
 Dunkelfeldbeleuchtung 37, 66, 77, 352.  
 Dunkelfeldbilder 38, 122, 209, 294, 303, 313, 317, 337, 351, 352.
- Edestinmoleküle 290.  
 Einkristall-Leuchtschirm 65, 122, 125, 212, 226, 237.  
 Eisengekapselte Spule 14, 15.  
 Eisen-III-Oxyd II, 310, 328.  
**EITEL, W.** 356, 358.  
 Ektromelie-Virus 361.  
 Elektronenabsorption 59, 101.  
 Elektronenindikatoren 23, 88.  
 Elektronen-Mikrooszillograph 70, 283.  
 Elektronenoptisches Brechungsgesetz 3.  
 Elektronenquelle 18, 20, 129, 214.  
 Elektronen-Rastermikroskop 69, 70, 77, 80, 84, 86, 91, 92, 100, 102, 104, 233, 238, 306, 323.  
 Elektronen-Schattenmikroskop 69, 71, 81, 84, 86, 91, 100, 102, 105, 236, 247, 306.  
 Elektronensonde 70, 75, 88, 118, 232.  
 — Ablenkung 76, 238.  
 Elektronenstrahlung, Ablenkgesetze 2.  
 — Eigenschaften, allg. 1.  
 — Eindringtiefe 24.  
 — Wellenlänge 5, 39.  
 Elektrostatische Beschleunigungslinse 9.  
 — Einzellinse 8, 132, 163, 237.  
 — Elektronenablenkung 2.  
 Elektrostatisches Elektronenmikroskop 32, 33, 207, 276.  
 — Mikroskopobjektiv 9, 11, 133, 219.

- Empfindlichkeit gegen magnetische Störfelder 112.  
 ENDELL, K. 358.  
 ENGEL, A. 94.  
 ENGELMANN, F. 164.  
 Entladungslawinen 170.  
 Entmagnetisierung 116.  
 Erze 356.  
 ESMARCH 113.  
 ESPE, W. 129, 179.  
 ESTERMANN, J. 355.  
 Evakuierungszeit 155, 206.  
 EVANS, U. R. 353.
- Färbung durch Metalle 61, 97, 254, 361, 365, 379.  
 Farbstoffe 319.  
 Faserstoffe 332.  
 Federkörper 181.  
 Fehleranpassung 58.  
 Feinkorn-Leuchtschirm 125.  
 Feldelektronenmikroskop 31.  
 Feldspatmehl 319.  
 FERMATSCHE Prinzip 5.  
 Fibrin 385.  
 Filmkamera 155.  
 Flächenhelle eines Leuchtschirmes 24.  
 FRANK, F. 386.  
 FRESNEL-Beugung 80.  
 FRIEDRICH-FREKSA, H. 382.  
 FRIESS, H. 303, 318.
- GÁBOR, D. 14, 19, 29.  
 GAEDE, W. 170, 171.  
 Gasausbrüche 169.  
 Gasbrandbazillen 377.  
 GAUSSSCHE Fehlerkurve 39, 56, 60.  
 Geißeln 371.  
 GENTNER, W. 106.  
 GEORGE, R. H. 7.  
 Gesamtfehler 57, 84.  
 Geschwindigkeitsverluste der Elektronen 50.  
 Gesichtsfeldgröße 203, 293.  
 GLASER, W. 42, 48.  
 GLÖDE, H. 127.  
 Glühkathode 19, 130.  
 Glykogen 338.  
 GREINER, R. 193.  
 Größenverteilungskurve 294, 307.  
 GROTHUS-DRAPERSCHES Gesetz 28.  
 Gummidichtungen 149, 178.  
 Günstigste Vergrößerung 63, 202.
- Hämozyaninmoleküle 288.  
 HAFSTAD 164.  
 HAMILTON 5.  
 HARIG, G. 119.
- HASKINS, C. P. 105, 106.  
 HAUTOT, A. 51.  
 HENNEBERG, W. 55.  
 HERAEUS-Vakuumschmelze 114.  
 Heubazillen 369.  
 HIMMLER, E. H. 355.  
 HOCHHÄUSLER, P. 151.  
 Hochspannungsanlage 183, 191, 196.  
 HOFFMANN, V. 126.  
 HOFMANN, U. 358.
- IMHAUSEN 230.  
 Indigo 320.  
 Intensitätsmodulation 36, 59, 86.  
 Intensitätsverhältnisse, Elektronenmikroskop 63, 122.  
 — Elektronen-Rastermikroskop 91.  
 — Elektronen-Schattenmikroskop 91.  
 — Elektronensonde 87, 88.  
 Ionensonde 162, 277.  
 IVES, E. 164.
- JAKOB, A. 367.  
 JANDER, G. 302.  
 JOHANNSON, H. 1, 8, 31.
- Kadmiumoxydrauch 307.  
 Kalte Kathode 19.  
 Kaolin 357.  
 Kapillarionenquelle 164, 276.  
 Kartoffel-X-Virus 363.  
 Katalysatoren 324.  
 Kathode 18, 129.  
 Kathodenlebensdauer 130.  
 Kathodenpatrone 130.  
 KAUSCHE, G. A. 287, 296, 297, 301, 362, 363, 379.  
 Kautschuk 338.  
 Kautschukvulkanisat 343.  
 Keilschnittmethode 262.  
 Keilschnittmikrotom 264.  
 KIENLE, H. 117.  
 KIRCHNER, F. 128, 195.  
 KISSER, J. 261.  
 Kittungen, vakuumdichte 179.  
 Kleinbildfilm-Vakuumkamera 155.  
 KNOLL, M. 1, 14, 28, 38, 77, 124, 129, 174, 179.  
 KÖNIG, A. 24.  
 Kokken 367.  
 Kolibazillen 372.  
 Kolloide Aggregate 297, 299.  
 Kolloider Platinkatalysator 300, 326.  
 Kolloidales Gold 295, 298, 299.  
 — Silber 295, 296, 299.  
 Kondensorsystem 34, 62, 65, 203, 207, 214.
- Kontrastpartikel zur Scharfstellung 230.  
 Kontraststeuerung 36, 59, 61, 84, 97.  
 Kontrastverstärkung 61, 86, 361.  
 KOSSEL, W. 354.  
 KRAUSE, F. 38, 52, 278, 294, 295, 341, 351, 352, 362, 387.  
 Krebsproblem 359.  
 Kreuzspaltblende 165, 222.  
 Kristallwachstum 308, 354.  
 Kritische Elektronenbelastung lebender Substanz 107.  
 Kühlfalle 171.  
 KÜSTER, A. 117.  
 Kunstprodukte 359, 377.
- LANGMUIR, J. 20.  
 Latextröpfchen 340.  
 LEITZ 167, 266, 275.  
 LENARD-Fenster 79, 89.  
 LENARD, P. 50, 79, 95, 99, 101, 102.  
 Leuchtschirm 23, 122.  
 — Auflösungsvermögen 124, 127.  
 — Kreisring- 27, 34.  
 — spektrale Intensitätsverteilung 25.  
 — Wirkungsgrad 25, 64, 123.  
 — Zwischenbild- 34, 203, 212.  
 LEVERENZ, H. W. 24.  
 LEYBOLD 169, 170, 175, 176, 177, 179, 199.  
 Linsenfeldapertur 45, 63, 88.  
 LIPPMANN-Körner 349.  
 — -Schichten 122.  
 Lötungen, vakuumdichte 180.  
 LUBSZYNSKI, H. G. 114, 115.
- Magnesiumoxydrauch 302, 303.  
 Magnetische Abschirmung 57, 110, 111, 113, 114, 135, 138, 211, 215, 220.  
 — Elektronenablenkung 5.  
 — Feldwaage 109.  
 — Gleichfeldschwankungen, Größe 108.  
 — 50-Perioden-Streifelder, Größe 110, 198.  
 — Sammellinsen 12.  
 — Störfelder, Fehler 55, 84.  
 Magnetischer Spannungsgleichhalter 193, 196.  
 Magnetisches Elektronenmikroskop 32, 33, 204.  
 — Mikroskopobjektiv 15, 16, 47, 136.  
 MAHL, H. 12, 32, 134, 207, 306, 309, 311, 353, 367, 387.  
 MARTON, L. 366, 379.

- Massendicke 35, 52, 55, 60, 201, 256, 339, 380.  
 — künstliche Verringerung 257, 380, 383.  
 Materialprüfung 355.  
 Maul- und Klauenseuche-Virus 365.  
 MEIDINGER, W. 347.  
 Meningokokken 368.  
 MENKE, W. 384.  
 MERTÉ, W. 43.  
 Metallkolloide 295.  
 Metalloxydfilme 353.  
 Micrococcus flavus 367.  
 MIERDEL, G. 162, 165.  
 Mikromanipulationen mit Strahlungs sonden 276.  
 Mikrotommesser 260.  
 Molekulargewichtsbestimmung 360.  
 Molekülbündel 335, 341.  
 Moleküle, Abbildung 288.  
 Molekülketten 302.  
 Monomolekulare Schicht 288.  
 Morphologie eines Reaktionsvorganges 305.  
 MÜLLER, E. W. 31.  
 — H. O. 303, 318, 356, 358.  
 Mundbazillen 370.
- NERNST, W.** 292.  
 Nickelkatalysator 328.
- Oberflächen-Untersuchung** 353.  
 Objektarten 255.  
 Objektaufladung 103, 327.  
 Objektbelastung 65, 100, 122, 275.  
 Objektbewegung 142, 223, 246.  
 Objekte in Luft, Untersuchung 78.  
 Objektionisierung 103.  
 Objektivbrennweite 10, 11, 15, 17, 43, 44, 202, 206, 207, 213, 222.  
 Objektivsystem 218.  
 Objektpatrone 140, 222.  
 Objektpräparierungstechnik 254.  
 Objektreaktionskammer 258, 309, 355.  
 Objektschleuse 143, 148, 218.  
 Objektschwenkeinrichtung 284, 353.  
 Objektträger 139, 222, 235, 245, 258, 272.  
 Objektträgerfolie • 256, 269, 275.  
 — Belastungsgrenze 103.  
 Öffnungsfehler 41, 47, 64, 83.  
 — elektrostatischer Linsen 45.  
 — Gesetz 43.  
 — magnetischer Linsen 45.
- Öffnungsfehler, Messung 44.  
 OLLENDORFF, F. 174.  
 ORTMANN, H. 125.
- PAAL, C. 298, 300, 325.  
 PAEHR, H. W. 130.  
 Palladiumasbestkatalysator 330.  
 Perbunan 339.  
 Permanenter Magnet für magnetische Linsen 136, 184.  
 PFANKUCH, E. 287, 362, 379.  
 Photographische Schicht 27, 91.  
 — — Auflösungsvermögen 29, 63, 116, 122.  
 — — Elektronenschwärzung 28.  
 — — ohne Bindemittel 29, 119.  
 — — wirksame Empfindlichkeit 116.  
 Photographischer Verschluss 210, 228.  
 RICHT, J. 8.  
 PIEKARSKI, G. 371.  
 Platinkatalysatoren 326.  
 Plattenkamera 151, 205, 226.  
 Plattenschleuse 151, 152, 205.  
 Polschuhlinse 15, 17, 136, 234.  
 Polschuhobjektträger 234.  
 Polyoxymethylen 332.  
 Potentialblende 21.  
 Präparation gedehnter Kautschukfilme 342.  
 — von Bakterien 375.  
 — von Chromosomen 382.  
 — von Fasern 256.  
 — von Diatomeen 255.  
 — von Kautschukvulkanisaten 344.  
 — von Keilschnitten 267.  
 — von Objekten auf Folien 273, 274.  
 — von Rauchen 315.  
 Profilbilder 354.  
 Projektionslinsensystem 224.  
 Proteine 345, 360.  
 Proteusbazillen 371.  
 Pumpanlage 170.
- RADCZEWSKY, O. E.** 356, 358.  
 Räumliche Elektronenstreuung, Fehler 54, 60, 83, 96, 117, 202.  
 Raumladungsfehler 41, 81.  
 REBSCH, R. 46, 47.  
 Registriereinrichtung des Rastermikroskopes 240.  
 REIBEDANZ, H. XI, 158.  
 Reihenbildkamera 153, 227.  
 Reinigung von Blendbohrungen 157, 258, 316.  
 RICHARDSON 19.
- RIEDEL-DE HAËN 26.  
 RIEHL, N. 125.  
 Röhrenregler 192.  
 Röntgenstrahlen-Abschirmung 127.  
 — -Schattenmikroskop 69, 72, 78, 84, 86, 247.  
 ROMPE, R. 174.  
 RÜBSAAT, R. 25.  
 Ruhrbazillen 376.  
 RUSKA, E. 1, 14, 15, 17, 18, 20, 31, 32, 36, 37, 38, 46, 48, 51, 61, 62, 101, 124, 136, 144, 205, 206, 279, 283, 295, 362, 363, 366, 372.  
 — H. 102, 142, 163, 205, 272, 275, 287, 301, 362, 363, 366, 371, 372, 377, 385, 386.  
 Ruß 257, 312, 342, 344.  
 RYAN, R. J. 13.
- SAUTER, E.** 332, 333.  
 Scharfstellung, Elektronenmikroskop 65, 68, 209, 228.  
 — Elektronen-Rastermikroskop 247.  
 — Elektronen-Schattenmikroskop 253.  
 — Röntgenstrahlen-Schattenmikroskop 253.  
 Schellack 289, 338, 355.  
 SCHERER, K. 25.  
 SCHERZER, O. 1, 8. 47, 83.  
 Schleusenbahn 144, 151, 218, 237.  
 Schleusenventil 150.  
 Schliffe 181, 218.  
 SCHMERWITZ, G. 262.  
 Schmetterlingschuppen 386.  
 SCHMIDT, A. 109.  
 SCHMIDT-LA BAUME 106.  
 Schneidevorgang, Theorie 259.  
 SCHRAMM, G. 364.  
 SCHRÖTER, F. 24, 64, 89.  
 SCHULZE, R. 90.  
 SCHUMANN-Platte 120, 121, 227, 294.  
 Schutzkolloid 298, 300, 320.  
 SCHWARTZ, E. 130.  
 SEELIGER, R. 162, 165.  
 SEIDELSCHE Bildfehler 42.  
 SEITZ, W. 119.  
 Sekundäremission 93, 94, 327.  
 Sekundäremissionsverstärker 89, 92.  
 Sicherheitswiderstand 194.  
 SIEMENS X, XI, 192, 204, 205, 206, 256, 257, 295, 299, 311, 314, 318, 319, 322, 323, 356, 357, 358, 361, 363, 366, 367, 370, 372, 373, 376, 378, 385, 386.

- SIEMENS, H. v. XI.  
 Silikagel 329.  
 SKITA, A. 300, 325.  
 SONNEFELD, A. 47.  
 Spannungsschwankungen,  
 Einfluß 49, 184, 207.  
 — Messung 185, 200.  
 Spirillen 379.  
 Staphylokokken 368.  
 Staube 315.  
 STAUDINGER, H. 332, 333, 334,  
 335.  
 — M. 332.  
 STEENBECK, M. 94.  
 Stereo-Objektiveinsatz 284.  
 — -Röntgenmikrobilder 74.  
 Stereoskopische Elektronen-  
 bilder 34, 209, 213, 281,  
 285, 294, 316, 327, 332,  
 349, 369, 370, 383.  
 STETTbacher, A. 306.  
 Strahlengänge beim Elek-  
 tron-Rastermikroskop  
 70.  
 — beim Elektronen-Schatten-  
 mikroskop 72.  
 — beim Röntgenstrahlen-  
 Schattenmikroskop 73.  
 — von Elektronenmikro-  
 skopen 33.  
 Strahlerzeugungssystem 18,  
 20, 22, 131, 214.  
 STRANSKY 354.  
 STRAUMANIS, M. 354.  
 Streptococcus viridans 366.  
 Strömungswiderstand von  
 Pumpleitungen 174.  
 STRÜBIG, H. 130.
- Tabakmosaik-Virus 362.  
 Technophot 29, 119.  
 THIESSEN, P. XI, 70.  
 Tiefenschärfe 34, 257, 281.  
 Titanoxydrauch 311, 314.  
 Tomatenmosaik-Virus 364.  
 Transportvorrichtung für Ob-  
 jektträger 274.  
 TRENKTROG, W. 269.  
 TRILLAT, J. J. 51.  
 TUVE 164.  
 Typhusbazillen 376.
- Übergangsschärfe von Kon-  
 turen 280.  
 Ultrafilter 350.  
 Ultramikroskopie 67.  
 Ultraviolettmikroskop 107,  
 122.  
 Undichtigkeiten, Suche nach  
 — 176.  
 Universal-Elektronenmikro-  
 skop 168, 208, 209, 213,  
 284, 290, 368.  
 Unterteilte Elektronenbe-  
 schleunigung 22, 132, 213.
- Vakuumdichtungen 178.  
 Vakuumkamera 150, 226.  
 Vakuumkurbel 146.  
 Vakuummessung 175.  
 Vakuumventile 149.  
 Vakzinelymphe-Virus 362.  
 Vanadinpentoxid 329.
- Vergrößerung, Bestimmung  
 279.  
 Virus 260.  
 Vogelfederfeinbau 386.  
 VOLMER, M. 355.
- WALDMANN, L. C. O. 365.  
 WALMSLEY, H. P. 307.  
 WATSON, E. E. 82.  
 WEHNELT-Elektrode 21, 22,  
 130.  
 WEIGERT-Effekt.  
 WEISS, G. 92.  
 WIECHERT 13.  
 WIEGAND 342, 343.  
 WIEN, W. 19, 164.  
 WINKEL, A. 302.  
 WINTGEN 339.  
 WOLPERS, C. 385.
- ZEISS 284, 381.  
 Zellmembranen 384.  
 Zellstrukturen 379.  
 Zellulose 337.  
 Zement 358.  
 Zentrierung der Kathode 131.  
 — des Elektronenmikro-  
 skopes 228.  
 — von Aperturblenden 43, 52,  
 134, 167, 229, 290.  
 Zinkoxydrauch 308.  
 Zinkweiß 322.  
 ZWORYKIN, V. 81.

Photographische Tafel  
mit elektronenmikroskopischen Stereobildern  
(vgl. Seite 284).

- I. Das erste elektronenmikroskopische Stereobild. Magnesiumoxydrauch mit teilweise durchreagierten kubischen Kristallen. Schwenkungswinkel  $4^\circ$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)
- II. Zinkoxydkristalle aus dem Rauch einer Bogenentladung zwischen Zinkelektroden. Schwenkungswinkel  $4^\circ$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)
- III. Unbenutzter Palladiumasbest-Katalysator. Dieses Bild hat die überraschende Tatsache offenbart, daß Asbest aus feinsten (zum Teil nur  $3 \text{ m}\mu$  dicken) Bändern besteht, die sich vielfach aufspalten. Schwenkungswinkel  $6^\circ$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)
- IV. Stark belichtete, unentwickelte Bromsilberkörner. Das linke Teilbild ist später aufgenommen, so daß die Veränderungen an den Körnern infolge der längeren Elektroneneinwirkung, ähnlich wie bei einem Stereokomparator sofort sichtbar werden. Schwenkungswinkel  $4^\circ$ . (Aufnahme v. ARDENNE.)



