

Aus dem Laboratorium für Elektronenoptik der Siemens und Halske A.G., Berlin.

Ein Übermikroskop für 220 kV Strahlspannung.

Von H. O. Müller und E. Ruska (Berlin).

(Eingegangen am 16. März 1941)

Die Erkenntnis, daß Elektronenstrahlen um so dickere Materieschichten durchdringen, je schneller sie sind, d. h. je größer die Strahlspannung ist, durch die sie beschleunigt werden,

ist früh gewonnen worden. Eingehende Messungen hierüber finden wir insbesondere schon in Lenard's klassischen Arbeiten. Auch bei der hochauflösenden Mikroskopie mittels schneller Elektronen, die heute in der Kolloidchemie und Biologie vielfach Anwendung findet (1), wurde die Notwendigkeit, die Strahlspannung den Objekten anzupassen und Objekte größerer Dicke bei höheren Strahlspan-

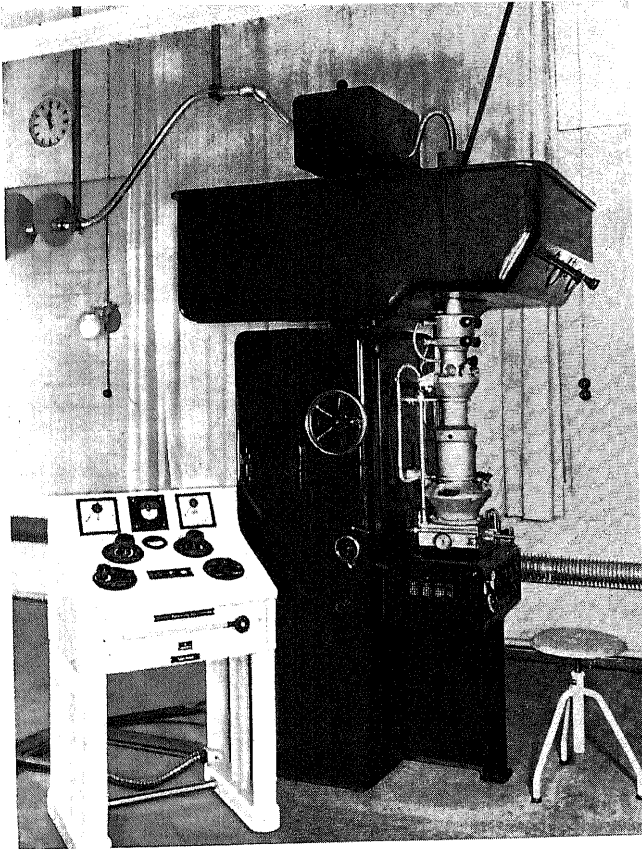


Fig. 1. Übermikroskop für hohe Spannung mit zweistufigem Elektronenstrahlrohr.

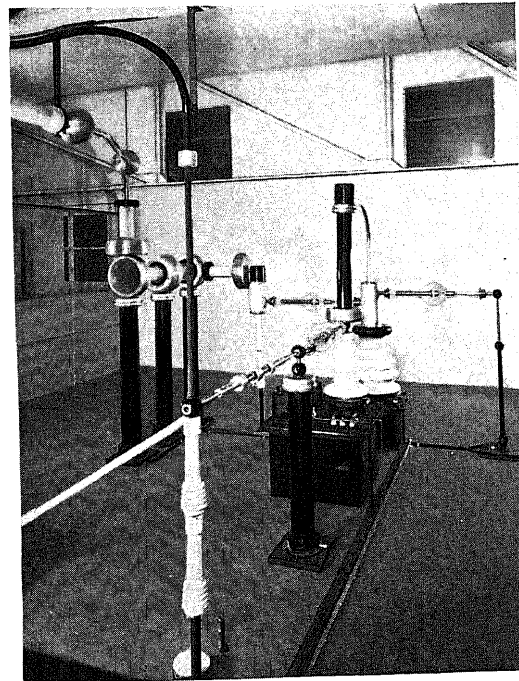


Fig. 2. Anlage zur Erzeugung von 220 kV-Gleichspannung mit Abgriff für die halbe Spannung.

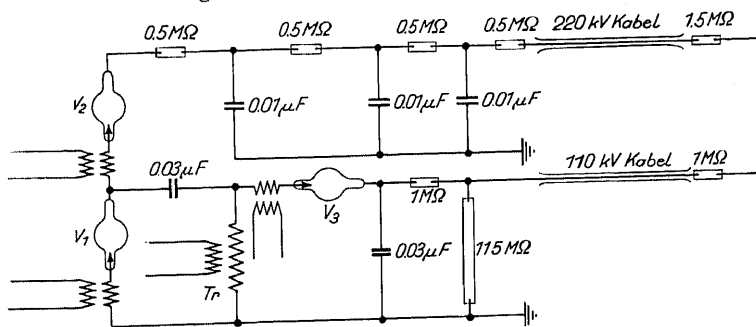


Fig. 3. Schaltung der Gleichspannungsanlage für 220 und 110 kV.

nungen zu mikroskopieren, bald ausgesprochen (2). Daß eine niedrige Strahlspannung im Durchstrahlungs - Elektronenmikroskop die verschiedenen Abbildungsfehler und damit das erreichbare Auflösungsvermögen meist ungünstig beeinflusst, kann man einer rechnerischen Studie über die Grenzen für das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes (3)

quantitativ entnehmen. Ferner wurde auf den Vorteil geringerer Objektbelastung und den eines besseren Richtstrahlwertes des Elektronenstrahlrohres bei hoher Strahlspannung hingewiesen (1). Schließlich konnten aus Elektronenbildern, die von denselben Objekten bei verschiedenen Strahlspannungen aufgenommen wurden, zwei experimentelle Ergebnisse (4) gefunden werden: Die Objekte werden erstens im Hellfeld durchsichtiger, wobei sich auch durch dickere Objekte hindurch feinere Einzelheiten erkennen lassen. Der Nachteil der schlechten Objektdurchdringung bei niedrigerer Spannung kann da-

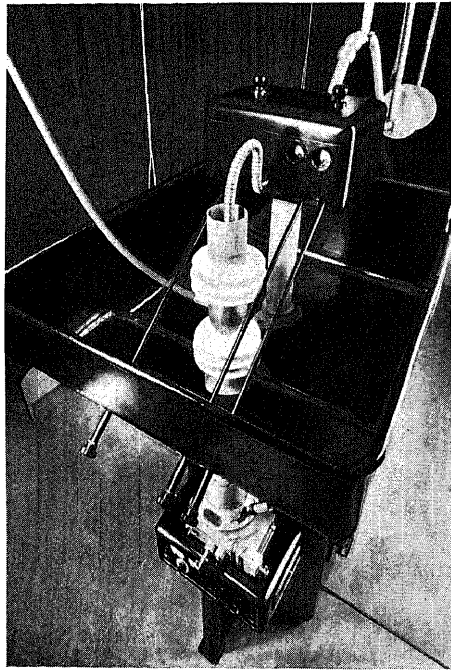


Fig. 4. Zweistufiges Elektronenstrahlrohr des Übermikroskopes.

bei praktisch auch nicht durch längere Belichtung oder durch besonders hartes Kopieren aufgehoben werden (5). Zweitens wird bei Dunkelfeldaufnahmen derjenige Dickenbereich der Objekte größer, innerhalb dessen die Schwärzung der Platte mit der durchstrahlten Objektstärke zunimmt, die Gradation also den umgekehrten Verlauf wie bei Hellfeldbildern beibehält. Oberhalb dieser Grenzdicke, die demnach mit der Strahlspannung steigt, nimmt die Schwärzung mit der Massendicke rasch wieder ab (4). Da andererseits bei extrem dünnen Objekten (wie sie z. B. auf der Trägerfolie liegende Makromoleküle darstellen) eine geringere Strahlspannung wegen der besseren

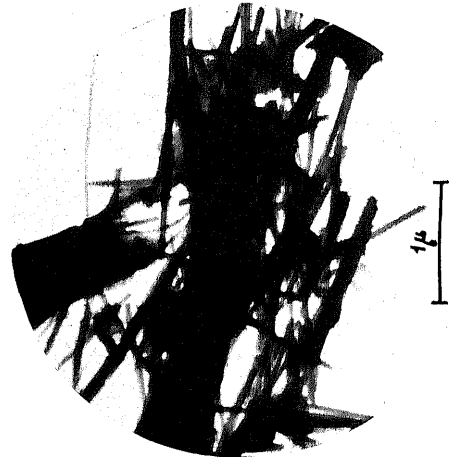
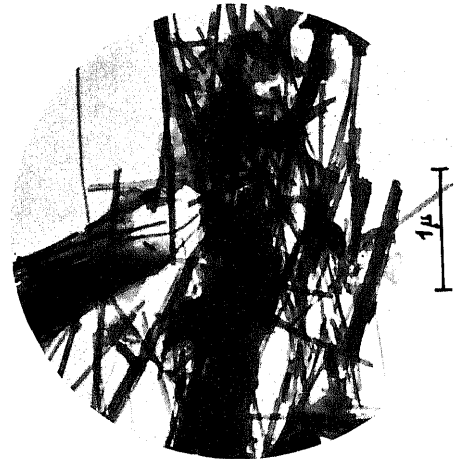
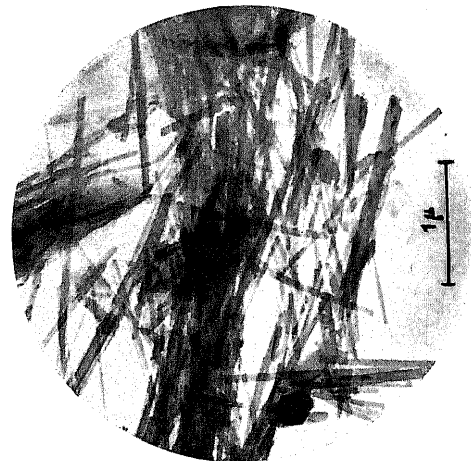


Fig. 5. Serpentiniasbest, el. opt. 16000 : 1; 30—60—175 kV.

Kontraste von Vorteil sein kann, wurde aus den praktischen Versuchsergebnissen (4) die Folgerung gezogen, daß ein Mikroskop, das besonders umfassend die Objektstrukturen wiedergeben soll, eine variable und möglichst hoch hinauf greifende Strahlspannung haben müsse. Es wurde daher ein Übermikroskop für eine Strahlspannung bis über 220 kV gebaut, dessen Strahlrohr aus zwei Beschleunigungsstufen besteht. Nachdem die

die im Vollbetrieb an dem einen Pol der Röntgenröhre ein positives, am anderen ein negatives Gleichpotential von je 200 kV — bei geringer Belastung wie im vorliegenden Fall über 220 kV — gegen Erde erzeugt. Die durch den Hochspannungstransformator Tr und 2 Hochvakuumglühventile V_1 und V_2 erzeugte negative Wellenspannung von 220 kV wird durch eine Siebkette aus drei Kondensatoren von je $0,01 \mu F$ mit zwischengeschalteten Widerständen von je $0,5$ Megohm geglättet. Da im 220 kV-Gleichspannungskreis nur der Glühemissionsstrom des Elektronenstrahlrohres von 20 bis $50 \mu A$ fließt, ist die Glättung trotz verhältnismäßig geringer Gesamtkapazität sehr vollständig. Um ein Zwischenpotential von 110 kV für die mittlere Elektrode des Elektronenstrahlrohres zu erhalten, läßt ein drittes Ventil V_3 einen Kondensator von $0,03 \mu F$ auf, dem zur Verhinderung einer vom Elektronenstrahlrohr herrührenden Aufladung ein Ableitungswiderstand von 115 Megohm parallel geschaltet ist. An die Glättung dieses Zwischenpotentials werden keine besonderen Anforderungen gestellt. Zwischen die Zuführungskabel für 110 kV in erster und 220 kV in zweiter Stufe und die Elektroden des Strahlrohres sind jeweils weitere Schutzwiderstände geschaltet. Zur Vermeidung von Sprühscheinungen wurden die Hochspannungsleitungen als außen polierte Rohre mit großem Durchmesser verlegt und alle Knotenpunkte der Schaltung durch große Sprühschutzkappen verkleidet, welche die Enden der Gleichrichterröhren, Kondensatoren und Hochohmwiderstände umgeben. Zur Spannungsberuhigung dient ein Magnetregler von 1,3 kVA-Leistung, der zwischen Netz und Hochspannungsgleichrichter geschaltet ist. Die Spannung kann stetig bis zum Höchstwert geregelt werden.

Das Übermikroskop ist ein übliches Siemens-Gerät (6), das jedoch mit Rücksicht auf die größeren Schlagweiten zwischen den Hochspannung führenden und den geerdeten Teilen eine größere Schutzwanne und ein aus zwei Beschleunigungsstufen bestehendes Elektronenstrahlrohr besitzt. Die Einzelstufen sind dabei analog dem schon früher beschriebenen Strahlerzeugungsrohr des serienmäßigen Gerätes (6) ausgebildet, jedoch sind innerhalb des Vakuums die Abstände zwischen den auf negativem Potential und auf Erdpotential liegenden Elektroden und deren Krümmungsradien nach Möglichkeit vergrößert. Die Politur der Elektrodenoberfläche muß von Zeit zu Zeit erneuert werden. Fig. 4 zeigt das zusammengebaute Elektronenstrahlrohr in der Schutzwanne. Mit einer ähnlichen, jedoch in allen Ab-

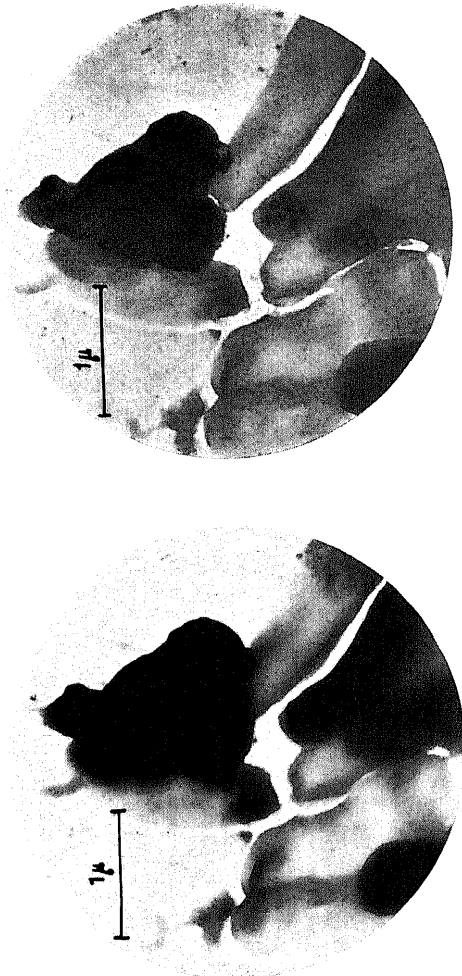


Fig. 6. Tuberkelbazillen, el. opt. 16000 : 1; 60—185 kV.

100 kV Grenze erstmals kürzlich mit dem einstufigen Rohr überschritten worden war (4), konnte nunmehr mit dem neuen Gerät die 200 kV Grenze überschritten werden. Fig. 1 zeigt die Ansicht des neuen Gerätes, Fig. 2 die dazugehörige Spannungsanlage.

Die Hochspannungsanlage (vgl. Schaltbild Fig. 3) besteht aus der einen (negativen) Hälfte einer Röntgenanlage für 400 kV Gleichspannung (Multivolt-Anlage, Siemens-Reiniger-Werke A. G.),

messungen etwas größeren und daher schwereren Ausführung des Elektronenstrahlrohres konnte in einer Stufe bei 135 kV mikroskopiert werden.

Die Brennweiten des magnetischen Hochspannungsmikroskops, mit denen z. B. die in

Fig. 8b wiedergegebene Aufnahme gemacht wurde, betragen 3,2 mm im Objektiv und 1,8 mm im Projektiv bei einer Elektronenvoltgeschwindigkeit von 220 kV, während man nach den für Geräte mit elektrostatischen Linsen bisher be-

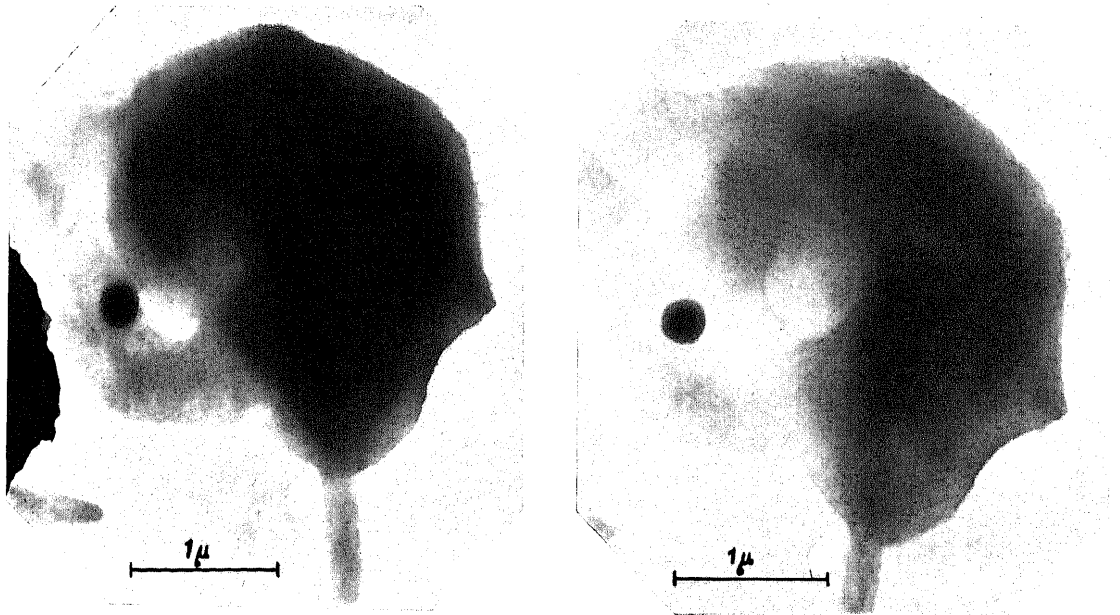


Fig. 7. Blutplättchen, el. opt. 15000:1; 60—185 kV.

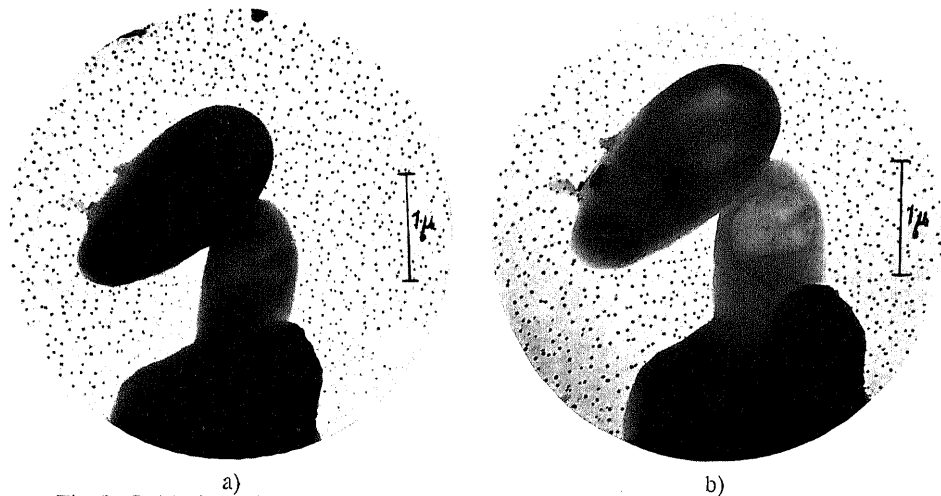


Fig. 8. Bakterienzellen, a) el. opt. 14000:1; 60 kV; b) el. opt. 15000:1; 220 kV.

kanntgegebenen Daten (7) bei einer Elektronengeschwindigkeit von 40—50 kV mit Brennweiten von 6,5 mm im Objektiv und von 3,5 mm im Projektiv arbeitet. Die Magnetlinsen des beschriebenen Übermikroskops erreichen daher bei 4- bis 5fach höherer Elektronenvoltgeschwindigkeit wegen ihrer nur halb so großen Brenn-

weiten — gleiche Länge des Strahlenganges zwischen Objekt und Endbild vorausgesetzt — eine linear 4fach größere Abb. im Endbild als die elektrostatischen Linsen. Der damit bei den bisher verwendeten und technisch vernünftigen Apparatlängen erreichte Abbildungsmaßstab ist noch sinnvoll, da er noch unterhalb des för-

derlichen Abbildungsmaßstabes liegt, welcher etwa 100000:1 beträgt. — Je schneller die zum Mikroskopieren verwendeten Elektronen sind, um so entscheidender ist aus Gründen des technischen Aufwandes die Überlegenheit magnetischer Linsen. Auf diesen Sachverhalt wurde schon in einem auf der Physiker-Tagung 1936 gehaltenen Referat über das Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop (8) wie folgt hingewiesen: „Das bisher und wahrscheinlich auch in Zukunft wichtigste Verfahren der eigentlichen Elektronenmikroskopie, d. h. für die Untersuchung beliebiger Gegenstände mittels Elektronenstrahlen, ist jedoch ebenso wie in der Lichtmikroskopie das Durchstrahlungsverfahren. Hier erhält man aus verschiedenen Gründen die besten Verhältnisse mit schnellen Elektronen. Als Linse kleiner Brennweite kommt für diese Elektronen nur das magnetische Objektiv in Frage.“

Die folgenden Aufnahmen bringen einige Vergleiche zwischen Elektronen-Mikrogrammen, die mit stark verschiedener Spannung aufgenommen sind. In den Unterschriften sind die Angaben über die Abbildungsmaßstäbe und die verwendeten Strahlspannungen enthalten. Fig. 5 zeigt an Serpentinast, daß mit der Spannungserhöhung die Übereinanderlagerung zahlreicher Einzelfasern in einem fibrillaren System erkennbar wird. In Fig. 7 ist ein Blutplättchen eines Kranken mit thrombopenischer Purpura (9) wiedergegeben, in dem durch die Abb. bei hoher Spannung erstens der physiologisch eintretende, vakuolige Zerfall des Hyaloplasmas und zweitens der pathologische Befund einer mangelhaften Ausbildung des Granulomers sichtbar wird. Fig. 6 zeigt den von A. Lembke und H. Ruska (10) auf anderem Wege erschlossenen zweiphasigen Aufbau der Granula des Tuberkelbazillus in direkter Darstellung durch die höhere Strahlspannung. Fig. 8 schließlich zeigt einige Bakterienzellen a) bei niederer und b) bei besonders hoher Strahlspannung. Obwohl in der Durchstrahlbarkeit der Objekte zwischen beiden Bildern deutliche Unterschiede festzustellen sind, genügen offenbar selbst 220 kV schnelle Elektronen noch nicht, um die dichtesten Bereiche der Zellen noch völlig aufgeheilt abzubilden.

Aus der Gesamtheit unserer bisherigen Aufnahmen ergibt sich der Eindruck, daß die Gradationskurven etwa nach Fig. 9 verlaufen, d. h. nach der Abszisse zu hohl gekrümmt sind, eine Feststellung, die in einem früheren Zeitpunkt (4, 1) zwar schon ins Auge gefaßt wurde, jedoch noch nicht sicher getroffen werden konnte. Dieser

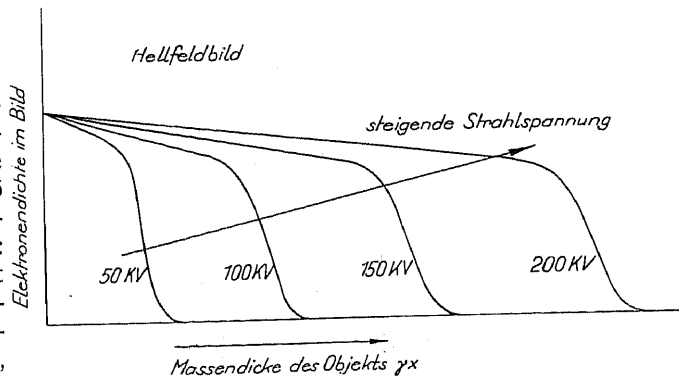


Fig. 9. Qualitativer Verlauf der Gradationskurven bei verschiedener Elektronengeschwindigkeit.

Verlauf der Gradation ist insofern günstig, als der Nachteil, den die sonst erwünschte hohe Strahlspannung für die Darstellung geringer Kontraste hat, wegen der geringen Unterschiede in der Anfangsneigung der Kurven nur klein ist und daher für die Praxis wenig ins Gewicht fällt. Die Entwicklungsrichtung der Elektronenmikroskopie zu sehr hohen Spannungen erscheint daher besonders lohnend.

Zusammenfassung.

Es wird ein Durchstrahlungs-Elektronenmikroskop mit magnetischen Linsen und zwei-stufigem Strahlerzeugungsrohr für eine Elektronenvoltgeschwindigkeit von 220 kV beschrieben und an einigen, mit verschiedenen Strahlspannungen aufgenommenen Mikrogrammen identischer Objekte die erreichte Verbesserung der Objektdurchdringung sowie der qualitative Verlauf der Gradationskurven gezeigt.

Schrifttum.

1. B. v. Borries und E. Ruska, Erg. exakt. Naturwiss. **19**, 237 (1940).
2. E. Ruska, Z. Physik **87**, 597 (1934).
3. M. v. Ardenne, Z. Physik **108**, 338 (1939).
4. B. v. Borries und E. Ruska, Z. Physik **116**, 249 (1940).
5. E. Kinder, Z. techn. Physik **21**, 222 (1940).
6. B. v. Borries und E. Ruska, Siemens-Z. **20**, 217 (1940).
7. H. Mahl, Kolloid-Z. **91**, 105 (1940).
8. E. Ruska, im Buch: Beiträge zur Elektronenoptik (Leipzig 1937), S. 52.
9. Über normale Blutplättchen und ihren Zerfall vgl. C. Wolpers und H. Ruska, Klin. Wschr. **18**, 1077 (1939); über pathologische Befunde C. Wolpers, Dtsch. med. Wschr. **1941** (im Druck).
10. A. Lembke und H. Ruska, Klin. Wschr. **19**, 217 (1940).