(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
4. März 2010 (04.03.2010)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2010/023189 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
H01J 37/26 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2009/060892

(22) Internationales Anmeldedatum:
25. August 2009 (25.08.2009)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
12/199,675 27. August 2008 (27.08.2008) US
08163121.0 28. August 2008 (28.08.2008) EP

(71) Anmelder *(für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US)*: **MAX-PLANCK-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER WISSENSCHAFTEN E. V.** [DE/DE]; Hofgartenstr. 8, 80539 München (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder *(nur für US)*: **BARTON, Bastian** [DE/DE]; Eschersheimer Landstraße 90, 60322 Frankfurt am Main (DE). **SCHRÖDER, Rasmus R.** [DE/DE]; Apfelskopfweg 32, 69118 Heidelberg (DE).

(74) Anwalt: **HANNKE, Christian**; Hannke Bittner & Partner, Ägidienplatz 7, 93047 Regensburg (DE).

(81) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title**: PHASE PLATE, IN PARTICULAR FOR AN ELECTRON MICROSCOPE

(54) **Bezeichnung** : PHASENPLATTE, INSBESONDERE FÜR EIN ELEKTRONENMIKROSKOP

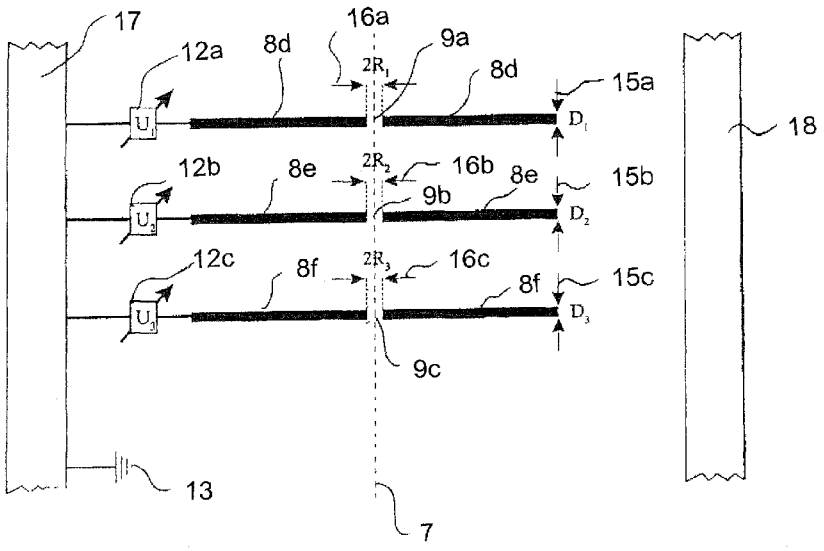


Fig. 5

(57) **Abstract**: The invention relates to a phase plate, in particular for an electron microscope, disposed in an electron beam path, said plate being made of at least a thin film (8d - f) that is at least partially permeable to electron beams, wherein the thin film (8d - f) is made of an electrically conducting material, is connected to a predeterminable electric voltage (12a - c), and comprises at least one penetration opening (9a - c).

(57) **Zusammenfassung**:

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 2010/023189 A1

— *hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii)*

— *Erfindererklärung (Regel 4.17 Ziffer iv)*

Veröffentlicht:

— *mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)*

— *mit geänderten Ansprüchen gemäss Artikel 19 Absatz 1*

Die Erfindung betrifft eine Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop, die in einer Elektronenstrahlbahn angeordnet ist, aus mindestens einer dünnen Folie (8d - f), welche zumindest teilweise für Elektronenstrahlen durchlässig ist, wobei die dünne Folie (8d - f) aus elektrisch leitfähigem Material besteht, an eine vorbestimmbare elektrische Spannung (12a - c) angeschlossen ist und mindestens eine Durchgangsöffnung (9a - c) aufweist.

Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop, die in einer Elektronenstrahlbahn angeordnet ist und aus mindestens einer dünnen Folie, welche zumindest teilweise für Elektronenstrahlen durchlässig ist, besteht, gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruches 1. Des Weiteren betrifft die Erfindung ein Elektronenmikroskop, welches mindestens eine dieser Phasenplatten enthält.

Bei der Phasenkontrastmikroskopie handelt es sich um ein allgemein bekanntes mikroskopisches Verfahren zur Abbildung von Proben, die einen größeren Einfluss auf die Phase als auf die Amplitude einer Beleuchtungsstrahlung haben. Die Proben, die auch als Phasenobjekte bezeichnet werden, sind semitransparent. Durch Wechselwirkung des Probenmaterials mit der Beleuchtungsstrahlung wird die Phase der Beleuchtungsstrahlung beeinflusst.

In der optischen Mikroskopie, bei der die Beleuchtungsstrahlung Licht ist, ist die Phasenkontrastmikroskopie ein etabliertes Abbildungsverfahren. Mit einem Phasenring, der in der hinteren Brennebene des Objektivs eines Lichtmikroskops angeordnet ist, wird die von der Probe kommende Strahlung 0-ter Beugungsordnung relativ zur ersten Beugungsordnung phasenverschoben. Die Interferenz der höheren Beugungsordnungen mit dem phasenverschobenen Hauptmaximum liefert das gewünschte kontrastreiche Bild.

Eine derartige Phasenkontrastmikroskopie wurde auch für die Elektronenmikroskopie, bei der es sich bei der Beleuchtungsstrahlung um Elektronenwellen handelt, vorgeschlagen. Insbesondere beim Transmissionselektronenmikroskop (TEM), bei dem Proben mit Elektronen durchstrahlt und die Proben nach Durchgang der Elektronen durch die Probe elektronenoptisch abgebildet werden, besteht ein Interesse an physikalischen Phasenkontrast-Verfahren, da notwendigerweise dünne, ungefärbte Proben untersucht werden, die sich durch eine geringe Phasenverschiebung auszeichnen.

In „Cryst. Res. Technol." von S. Zemlin, Bd. 33, 1998, S. 1097 – 1111 werden die Grundprinzipien der elektronenmikroskopischen Phasenkontrastverfahren erläutert. Zur Illustration werden Einzelheiten der wellenoptischen Beschreibung der Phasenkontrast-Elektronenmikroskopie genannt. Weitere Erläuterungen der Wellenoptik und Vektordarstellung des Phasenkontrastes ergeben sich insbesondere aus den hier angeführten Veröffentlichungen und Lehrbüchern der Elektronenmikroskopie.

Das mit dem strahlenoptischen System eines Elektronenmikroskopes in der Bildebene erzeugte vergrößerte Bild der Probe ergibt sich durch Interferenz von Elektronen, die einerseits an der Probe gebeugt werden und anderseits die Probe ungebeugt durchsetzen. Die Eigenschaften des Interferenzbildes können mit der Phasenkontrastübertragungsfunktion (phase contrast transfer function, PCTF) beschrieben werden. Die PCTF gibt an, welche Ortsfrequenzen der Probe aufgrund der instrumentellen Eigenschaften in welchem Maße von der Probe in das Bild übertragen werden. Für ein herkömmliches TEM mit Hellfeldabbildung ist die PCTF in erster Näherung eine Sinus-Funktion gemäß

$$PCTF(k) = 2 \sin(\gamma(k)),$$

wobei k der Absolutbetrag des Wellenvektors (Ortsfrequenz) ist. Das Argument der Sinus-Funktion ist die Wellenaberration, die nicht-linear von k abhängt:

$$\gamma(k) = \pi/2 \, (C_s \lambda^3 k^4 - 2\Delta z \, \lambda k^2),$$

wobei C_s der sphärische Aberrationskoeffizient, λ die Elektronenwellenlänge und Δz der Defokuswert sind.

Die Ortsfrequenzabhängigkeit zeigt, dass niedrige Ortsfrequenzen (große Strukturen) im Bild wenig oder gar nicht aufgezeichnet werden. Daher erscheint das abgebildete Objekt mit besonders schwachem Kontrast. Die Kontrastübertragung verschwindet völlig in einem TEM ohne Linsenfehler (C_s = 0mm) und für eine Bildaufnahme im Gauss-Fokus (Δz = 0mm).

Um dennoch Kontraste zu erzeugen, werden gemäß der herkömmlichen Technik mit endlichem Koeffizienten der sphärischen Aberration ein kleiner Defokus eingestellt, was jedoch zu einem Informationsverlust durch eine Kontrastdelokalisierung führt.

Ein echtes Phasenkontrastverfahren beruht auf der Einführung der Phasenplatte in die hintere Brennebene der Objektivlinse des Elektronenmikroskops. Die Phasenplatte ist allgemein eine Vorrichtung, die bewirkt, dass zwischen dem gestreuten Wellenanteil und dem ungestreuten Wellenanteil eine zusätzliche Phasenverschiebung eingeführt wird. Beträgt diese 90°, so wird die PCTF in eine Kosinus-Funktion gemäß

$$PCTF_{\pi/2}(k) = 2\cos(\gamma(k))$$

überführt. Mit dieser PCTF kann auch unter optimalen optischen Bedingungen, nämlich vollständige Aberrationskorrektur und keine Defokussierung, eine vollständige Kontrastübertragung erfolgen. Es wird die maximale Bildinformation erzielt.

Ein generelles Problem des herkömmlichen Phasenkontrastverfahrens in der TEM besteht in der Einführung der Phasenplatte in den elektronenoptischen Strahlengang. Im Unterschied zum Einsatz eines Phasenringes bei der Lichtmikroskopie sind zusätzliche Einbauten bei der Elektronenmikroskopie in der Regel mit unerwünschten Signalverlusten oder Bildstörungen verbunden.

Aus DE 101 14 949 A1 ist eine Dünnfilmphasenplatte für ein Phasenkontrastmikroskop bekannt. Die Dünnfilmphasenplatte besteht aus einem Dünnfilm, der an einer Blendenhalterung in der hinteren Brennebene des Objektives angeordnet ist. Der Dünnfilm enthält eine Durchtrittsöffnung, durch die ungestreute Elektronenwellen ungehindert hindurchtreten. Die von der Probe gestreuten Elektronenwellen hingegen werden durch die Elektronen-Materie-Wechselwirkung im Dünnfilm phasenverschoben. Der Dünnfilm soll die Aufladung eines Filmes, beispielsweise als Kohlefilm ausgebildet, verhindern, welcher durch sein inneres Potenzial die auftretende Phase manipuliert. Somit wird gezielt eine Aufladung eines Kohlefilms mit Hilfe des leitenden Filmes vermieden. Allerdings können am Dünnfilm nach Kontamination mit Verunreinigungen aus dem Elektronenmikroskop aufladungserscheinungen auftreten, die unkontrollierte Phasenverschiebungen und Bildverzerrungen bewirken und sich somit nachteilig bei Abbildungen auswirken. Dies ergibt eine Verminderung des Auflösungsvermögens, auch da der Film seine Funktion der Verhinderung einer Aufladung nicht mehr zuverlässig ausüben kann. Da bei der in DE 101 14 949 A1 beschriebenen Erfindung wird die Phasenverschiebung der Elektronenwelle durch das innere elektrostatische Poten-

zial eines nach außen ungeladenen Dünnfilms vonstatten geht, ist eine Dicke des Films von 20-30 nm erforderlich. Ein Film dieser Dicke führt jedoch beim Durchgang der Elektronenwelle zu Kohärenz- und damit zu Signalverlusten. Das Signal-zu-Rausch-Verhältnis der Bilder und die maximal erreichbare Auflösung werden dadurch vermindert.

Demzufolge ist es Aufgabe der Erfindung, eine Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop sowie ein Elektronenmikroskop mit einer derartigen Phasenplatte zur Verfügung zu stellen, mit dem ein erhöhtes Signal-zu-Rausch-Verhältnis und somit eine erhöhte Auflösung erreicht wird.

Diese Aufgabe wird durch eine Phasenseite gemäß den Merkmalen des Patentanspruches 1 und durch ein Elektronenmikroskop gemäß den Merkmalen des Patentanspruches 13 gelöst.

Ein wesentlicher Punkt der Erfindung liegt darin, dass bei einer Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop, die in einer Elektronenstrahlbahn angeordnet ist und aus mindestens einer dünnen Folie besteht, welche zumindest teilweise für Elektronenstrahlen durchlässig ist, diese dünne Folie aus elektrisch leitfähigem Material besteht, an eine vorbestimmbare elektrische Spannung angeschlossen ist und mindestens eine Durchgangsöffnung aufweist. Durch das Anlegen einer äußeren Spannung U wird das Potenzial Φ_a am Ort des leitenden Dünnfilms ungleich dem Potenzial Φ_0 am Ausgang einer Elektronenquelle eines Elektronenmikroskopes und somit wird eine optimale Phasenverschiebung von $\pi/2$ erhalten, welche zwischen den Elektronen, die die Durchgangsöffnung passieren und den Elektronen, die die dünne Folie passieren, besteht. Dies führt dazu, dass die optimierte Phasenverschiebung von $\pi/2$ aufgrund der in der dünnen Folie verlangsamten Elektronen zu einer Abbildung mit maximalem Phasenkontrast führt.

Es kann durch das Anlegen einer derartigen Spannung zudem eine dünne Folie in Form eines Dünnfilms verwendet werden, deren Stärke bzw. Dicke auf beispielsweise 5 nm reduziert werden kann, wohingegen zuvor dünne Folien mit einer Dicke von beispielsweise 30 nm verwendet werden mussten, um eine derartige Phasenverschiebung anzustreben. Dies ermöglicht eine signifikant höhere Transmission und vermeidet Kohärenz- und Auflösungsverluste. Damit wird der Informationsgehalt des Bildes höher und die erreichbare Auflösung verbessert.

Die Phasenplatte ist vorzugsweise senkrecht zu einer optischen Achse des Elektronenmikroskops ausgerichtet und die Durchgangsöffnung erstreckt sich in Verlaufsrichtung der Elektronenstrahlenbahn, so dass ein ungehindertes Durchlaufen derjenigen Elektronen, die die Öffnung passieren sollen, stattfindet.

Die Durchgangsöffnung wird idealerweise im Zentrum einer Fläche der Phasenplatte, vorzugsweise in der optischen Achse eines Elektronenmikroskopes angeordnet.

Die Durchgangsöffnung kann sowohl kreisförmig in ihrem Querschnitt mit einem bestimmten Radius aus einem Bereich von 0,1 – 20 µm, vorzugsweise von 0,3 – 0,8 µm als auch rechteckförmig ausgebildet sein. Selbstverständlich sind auch andere Querschnittsflächen für die Durchgangsöffnung denkbar.

Die Phasenplatte ist gemäß einer bevorzugten Ausführungsform in einer bezüglich eines zu beobachtenden Objektes der hinteren Brennebene einer Objektivlinse eines Transmissions-Elektronenmikroskopes angeordnet, so dass ein gezielter Durchtritt der Elektronen sowohl durch die Durchgangsöffnung als auch durch die umliegende Materie der dünnen Folie erfolgen kann.

Vorzugsweise ist die dünne Folie zumindest teilweise auf einem Trägerfilm, der vorzugsweise aus amorphem Material besteht, angeordnet. Dies bewirkt nicht nur eine stabilisierte Anbringung der dünnen Folie in der hinteren Brennebene eines Elektronenmikroskops, sondern auch eine optimale Ausrichtung der Folie im Verhältnis zu der Ausrichtung der Elektronenstrahlbahn.

Die dünne Folie selber ist aus einem amorphen Material, wie Gold, Aluminium, Silber, Platin, Titan oder Legierungen hieraus, um die elektrische Leitfähigkeit der Folie aufgrund der angelegten Spannung sicherzustellen.

Die dünne Folie weist gemäß einer bevorzugten Ausführungsform eine Foliendicke aus einem Bereich von 0,1 – 50 nm, vorzugsweise von 0,3 – 1,0 nm auf, wobei der darunterliegende Trägerfilm eine Filmdicke aus einem Bereich von 1 – 100 nm, vorzugsweise von 5 – 20 nm aufweisen kann.

Die Phasenplatte kann auch in einem Verbund von entlang der Elektronenstrahlbahn übereinander angeordneten Phasenplatten angeordnet sein, wobei die Phasenplatte sowohl in diesem Verbund als auch bei einzelner Verwendung zumindest Teile, nämlich vorzugsweise eine Halbebene einer Beugungsbildebene innerhalb des Elektronenmikroskopes abdecken kann.

Ein Elektronenmikroskop mit einer derartigen Phasenplatte ist derart vorteilhaft ausgebildet, dass es zumindest eine Objektivlinse, die Phasenplatte, eine an der Phasenplatte angelegte Spannung mit dazugehöriger Spannungsquelle, ein Objekt in einer Objektebene und ein Beleuchtungssystem umfasst.

Weitere vorteilhafte Ausführungen ergeben sich aus den Unteransprüchen.

Vorteile und Zweckmäßigkeiten sind der nachfolgenden Beschreibung in Verbindung mit der Zeichnung zu entnehmen. Hierbei zeigen:

Fig.1 in einer schematischen Darstellung ein Elektronenmikroskop mit einer Phasenplatte gemäß einer ersten Ausführungsform der Erfindung;

Fig. 2 in einer schematischen Darstellung ein Ausschnitt eines Elektronenmikroskopes mit einer Phasenplatte gemäß einer zweiten Ausführungsform der Erfindung.

Fig. 3 in einer schematischen Ausschnittsdarstellung ein Elektronenmikroskop mit einer Phasenplatte gemäß einer dritten Ausführungsform;

Fig. 4 in einer schematischen Ausschnittsdarstellung ein Elektronenmikroskop mit einer Phasenplatte gemäß einer vierten Ausführungsform der Erfindung;

Fig. 5 in einer ausschnittsweisen schematischen Darstellung ein Elektronenmikroskop mit Phasenplatten gemäß einer fünften Ausführungsform der Erfindung;

Fig. 6 in einer schematischen Darstellung ein Elektronenmikroskop mit Phasenplatten gemäß einer sechsten Ausführungsform der Erfindung;

Fig. 7 in einem Diagramm eine Darstellung der durch die erfindungsgemäße Phasenplatte erreichten Phasenverschiebung;

Fig. 8 ein Ausschnitt der in Fig. 7 wiedergegebenen Darstellung;

Fig. 9 in einem Diagramm eine weitere Darstellung der mit der erfindungsgemäßen Phasenplatten erreichten Phasenverschiebung;

Fig. 10 ein Ausschnitt der in Fig. 9 wiedergegebenen Darstellung; und

Fig. 11 zwei Bildaufnahmen mit und ohne der in einem Transmissionselektronenmikroskop eingebauten erfindungsgemäßen Phasenplatte.

In Fig. 1 wird in einer schematischen Darstellung ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) mit einer erfindungsgemäßen Phasenplatte gemäß einer ersten Ausführungsform der Erfindung dargestellt. Von einem Beleuchtungssystem 1 aus fallen Elektronenstrahlen 2 auf ein Objekt 3, an welchem die Elektronenstrahlen gemäß Bezugszeichen 4 gestreut werden. Anschließend fallen die gestreuten Elektronenstrahlen 4 auf eine Objektivlinse 5, die zunächst ein Beugungsmuster und dann ein Zwischenbild des Objektes erzeugt. Eine Phasenplatte 8 ist in der Nähe der hinteren Brennebene der Objektivlinse 5 positioniert, genauer an dem Ort, an dem das von der Linse gesammelte Bündel der ungestreuten Strahlen die geringste Ausdehnung senkrecht zu einer optischen Achse 7 hat (="Crossover").

Die an der Objektivlinse 5 gesammelten Elektronenstrahlen werden anschließend gemäß Bezugszeichen 6 durch die Phasenplatte 8 hindurchgeleitet, wobei bestimmte Elektronenstrahlen eine Durchgangsöffnung bzw. ein Loch 9 durchlaufen und andere Elektronenstrahlen, die dünn ausgeprägte Phasenplatte 8 und deren Materie durchlaufen.

An der Phasenplatte 8 ist eine Spannung mittels einer Spannungsquelle 12 von außerhalb angelegt.

Die durch die Phasenplatte 8 oder durch dessen Durchgangsöffnung 9 hindurchgetretenen Elektronenstrahlen 10 fallen anschließend in einer Zwischenbildebene auf eine Bildebene

11, um ein entsprechendes Phasenkontrast-Bild, welches durch den in Durchtritt der Elektronenstrahlen durch die Phasenplatte 8 erhalten wird, zu erhalten. Dies wird zu einem kontrastreichen Bild, wie es beispielsweise aus Fig. 11b durch einen Vergleich mit der in Fig. 11a wiedergegebenen Abbildung, die nicht mit der erfindungsgemäßen Phasenplatte erhalten wurde, hervorgeht.

In Fig. 2 ist in einer Ausschnittsdarstellung schematisch ein Elektronenmikroskop mit einer Phasenplatte gemäß einer zweiten Ausführungsform der Erfindung dargestellt. Gleiche und gleichbedeutende Teile sind mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Die Phasenplatte 8a ist wiederum mit einem elektrischen Potenzial gemäß der Spannungsquelle 12, welches ungleich dem Potenzial am Ausgang der Elektronenquelle des TEM ist und durch das Erdpotenzial 13 wiedergegeben wird, versehen. Die Phasenplatte 8a weist die zentral angeordnete Durchgangsöffnung 9 auf, wobei diese Durchgangsöffnung einen kreisförmigen Querschnitt mit einem Durchmesser 16, der vorzugsweise 1,0 µm aufweist, zeigt. Die Durchgangsöffnung ist in der Nähe der hinteren Brennebene der Objektivlinse positioniert, genauer an dem Ort, an dem das von der Linse gesammelte Bündel der ungestreuten Strahlen die geringste Ausdehnung senkrecht zur optischen Achse hat, hier als auf der optischen Achse liegend wiedergegeben.

Die Phasenplatte 8a wird beidseitig zumindest teilweise von einem Trägerfilm 14a zu Stabilisierungszwecken gehalten, wobei der Trägerfilm beispielsweise ringförmig ausgebildet sein kann.

Die dünne Folie 8a der Phasenplatte weist eine Dicke 15 von beispielsweise 5 nm auf.

Das Transmissionselektronenmikroskop ist durch eine linksseitig angedeutete Außenwand 17 wiedergegeben.

Die Phasenplatte wird in der hinteren Brennebene, genauer an dem Ort, an dem das von der Linse gesammelte Bündel der ungestreuten Strahlen die geringste Ausdehnung senkrecht zur optischen Achse hat, eines Transmissionselektronenmikroskopes positioniert. Der Zentralstrahl der ungestreuten Elektronen wird durch das zentrale Loch geführt, wohingegen gestreute Elektronen den dünnen Film 8a aus leitendem und elektronendurchlässigem Material

passieren. Durch die angelegte Spannung entsteht eine Potentialverteilung, wie sie nachfolgend noch näher dargelegt wird, woraufhin die Elektronwelle phasenverschoben wird, was zu starken Phasenkontrast in der fokussierten Abbildung, gemäß Fig. 11, der Probe bzw. des Objektes 3 führt.

In Fig. 3 ist ausschnittsweise eine schematische Darstellung eines Elektronenmikroskopes mit einer Phasenplatte gemäß einer dritten Ausführungsform der Erfindung gezeigt. Die Phasenplatte 8b ist lediglich auf einer Halbebene bezüglich der optischen Achse 7 angeordnet und weist wiederum einen Trägerfilm 14b auf. Gleiche und gleichbedeutende Bauteile sind mit gleichen Bezugszeichen versehen.

In Fig. 4 wird eine vierte Ausführungsform der Phasenplatte in einem ausschnittsweise dargestellten schematisch wiedergegebenen Transmissionselektronenmikroskops gezeigt. gleiche und gleichbedeutende Teile sind wiederum mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Die Phasenplatte bzw. die dünne Folie 8c weist nahezu über ihre gesamte untere Fläche einen Trägerfilm 14c auf, der beispielsweise aus Kohlenstoff bestehen kann und beispielsweise 10 nm dick ist.

Die dünne Folie 8c selber kann beispielsweise 5 nm dick sein.

Bei der Spannung 12 werden Werte von beispielsweise 100 mV verwendet, wobei diese Werte ebenso auf die weiteren Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Phasenplatte angewendet werden können. Vorteilhaft ist die dünne Folie 8c aus Silber, Aluminium, Gold, Titan oder dergleichen Materialien, um eine leitende Struktur und zugleich eine möglichst geringe Beeinflussung der diesen Film durchdringenden Elektronen zu erhalten.

In Fig. 5 ist eine fünfte Ausführungsform der Phasenplatte mit angedeuteten ausschnittsweisen Elektronenmikroskop wiedergegeben. Hier handelt es sich um einen Verbund von zwei oder mehreren Phasenplatten mit den dünnen Folien 8d, 8e und 8f und darin auf der optischen Achse 7, genauer an dem Ort, an dem das von der Linse gesammelte Bündel der ungestreuten Strahlen die geringste Ausdehnung senkrecht zur optischen Achse hat,, angeordneten Löchern 9a, 9b und 9c, wobei die Löcher 9a, 9b und 9c den gleichen Durchmesser oder verschiedene Durchmesser16a, 16b und 16c aufweisen können.

An jeder Phasenplatte ist eine Spannungsquelle 12a, 12b und 12c angeschlossen, um ein elektrisches Potenzial am Ort des Filmes der Phasenplatte 12 zu erhalten.

Ebenso können die Phasenplatten entweder gleich stark oder unterschiedliche Dicken 15a, 15b und 15c aufweisen.

Das Elektronenmikroskop ist mit links- und rechtsseitigen Wänden 17, 18 andeutungsweise dargestellt.

In Fig. 6 ist eine weitere sechste Ausführungsform der Phasenplatte mit dazugehörigem Elektronenmikroskop bzw. Transmissionselektronenmikroskop dargestellt. Gleiche und gleichbedeutende Bauteile sind mit gleichen Bezugszeichen versehen.

Nachdem die Elektronen die Objektivlinse 5, welche eine Sammellinse ist, durchlaufen haben, treten sie in eine halbseitig bezüglich der optischen Achse angeordnete Phasenplatte 8g ein und werden mittels dieser Phasenplatte zumindest auf dieser linken Seite des Elektronenmikroskopes gestreut bzw. gebeugt. An der Phasenplatte 8g liegt eine Spannung mittels der Spannungsquelle 12d an.

Eine weitere Phasenplatte 8h ist in der anderen Hälfte des Transmissionselektronenmikroskopes bezüglich der optischen Achse 7 angeordnet und weist eine zweite Spannung mittels der zweiten Spannungsquelle 12e auf, wobei die Spannungen der Spannungsquellen 12d und 12e gleich groß oder verschieden sein können.

In einem ersten Zwischenbild wird wiederum das Bild der Phasenverschiebung erhalten. Anschließend durchlaufen die Elektronenstrahlen eine weitere Objektivlinse 19, die in einem Transferlinsensystem mit einer weiteren Linse 21, 22 ausgestattet sind und zudem weitere Linsen und dergleichen Elemente, wie durch Bezugszeichen 20 angedeutet, aufweisen können.

Die durch die Linse 21 hindurchgetretenen Elektronenstrahlen 23 durchlaufen die abbildende Linse 22 und treten dann als Elektronenstrahlen 24 aus dieser aus, um anschließend teilweise in die Phasenplatte 8h einzutreten und somit als Elektronenstrahlen 25 teilweise eine

Phasenverschiebung von π/2 aufzuweisen, wenn sie in der Zwischenbildebene 26 ein Bild erzeugen.

In Fig. 7 ist in einem Phasenverschiebungsdiagramm die Phasenverschiebung, welche durch eine Phasenplatten-Anordnung gemäß Fig. 1 – 6 erhalten werden kann, dargestellt.

In Fig. 8 ist eine vergrößerte Darstellung des zentralen Bereiches des Diagramms gemäß Fig. 7 wiedergegeben.

Über die Ordinate ist die Phasenverschiebung in Einheiten von π/2 und über die Abszisse der Abstand von der optischen Achse angegeben, wobei die Durchgangsöffnung um den 0-Wert herum angeordnet ist.

Gemäß Bezugszeichen 20 wird ein Phasenverschiebungsverlauf bei einer Phasenplatte mit einer Durchgangsöffnung von 1 µm gezeigt. Das Bezugszeichen 21 gibt einen Phasenverschiebungsverlauf für eine Phasenplatte mit einem Durchgangsöffnungsradius von 500 nm und Bezugszeichen 22 für eine Phasenplatte mit einem Durchgangsöffnungsradius von 300 nm. Die hierin gezeigte relative Phasenverschiebung von ungestreuten zu gestreuten Elektronenwellen aufgrund der Phasenplatte in Abhängigkeit vom Durchgangsabstand von der optischen Achse zeigt, dass der gewünschte Phasenverschiebungsverlauf umso schneller eintritt, je kleiner der Radius der Durchgangsöffnung ist. Die an der Phasenplatte angelegte Spannung ist hierbei jeweils so eingestellt, dass für die Phasenverschiebung große Abstände von der optischen Achse immer 90° beträgt.

In Fig. 9 und in einer vergrößerten Darstellung in Fig. 10 ist in einem Diagramm die Phasenkontrast-Übertragung für Phasenplatten mit Durchgangsöffnungen, die verschiedene Radien aufweisen, wiedergegeben. Hierbei wird die Phasenkontrast-Transfer-Funktion (PCTF) in Abwesenheit aller anderen Linsenaberrationen, d.h. es wird das Aufnahmeobjekt im Gauss-Fokus betrachtet und sämtliche höheren Aberrationen vernachlässigt, bei Durchgang des ungestreuten Zentralstrahls durch das Phasenplatten-Loch bei drei verschiedenen Lochradien gezeigt. Der Phasenkontrast erreicht sehr schnell einen nahezu optimalen Wert von mehr 80% gemäß nachfolgender Tabelle in Abhängigkeit von der Ortsfrequenz der Strukturfaktoren des Objekts in der Beugungsebene. Im Gegensatz zu der Verwendung eines nach außen ungeladenen Filmes als Phasenplatte wird hier eine Erhöhung des Kontrastes auch

für solche Ortsfrequenzen erreicht, die Achsenabständen r innerhalb des zentralen Loches entsprechen.

Nachfolgend wird die physikalische Erklärung der Funktionsweise der erfindungsgemäßen Phasenplatten wiedergegeben:

Das elektrische Feld *E* ober- und unterhalb der Phasenplatte wird als homogen angenommen,

(1) $-E_1 = E_2 = E > 0$

Das Potenzial ist:

(2) $\Phi(r,z) = \Phi_0 - \frac{2E}{\pi}|z|\ (\arctan\mu + \frac{1}{\mu})$

mit

(3) $$\mu = \left[\left(\frac{z^2}{2R^2}+\frac{r^2}{2R^2}-\frac{1}{2}\right)+\left\{\frac{4z^2}{2R^2}+\left(\frac{z^2}{R^2}+\frac{r^2}{R^2}-1\right)^2\right\}^{\frac{1}{2}}\right]^{\frac{1}{2}}.$$

Dabei sind z die Koordinate entlang der optischen Achse des TEM (Phasenplatten-Ebene bei z = 0) und *R* der Radius des Phasenplatte-Lochs.

Auf der Symmetrieachse (r = 0) gilt:

(4) $$\Phi_{ax} = \Phi_0 - \frac{2E}{\pi}R\left(\frac{z}{R}\arctan\frac{z}{R}+1\right).$$

Die Phasenverschiebung bei ablenkungsfreiem Durchgang der Elektronen durch die Phasenplatte mit Abstand *r* von der optischen Achse ist

(5) $$X(r) = \frac{\pi e}{\lambda U}\frac{m_e c^2 + eU}{m_e c^2 + eU/2}\int_{-\infty}^{+\infty}\phi(r,z)dz$$

(*e*: Elementarladung, λ: DeBroglie-Wellenlänge der Elektronen, U: Beschleunigungsspannung des TEM, $m_e c_2$: Ruheenergie des Elektrons) und auf der optischen Achse (r =0)

(6) $$X_{ax} = \frac{\pi e}{\lambda U}\frac{m_e c^2 + eU}{m_e c^2 + eU/2}\int_{-\infty}^{+\infty}\phi_{ax}(z)dz = const.$$

Als relative Phasenverschiebung von gestreuten und ungestreuten Elektronen ergibt sich

(7) $$\Delta X(r) = X(r) - X_{ax}.$$

ΔX ist in Fig. 7 und 8 in Abhängigkeit vom geometrischen Abstand vom Ursprung der hinteren Brennebene des Objektivs gezeigt.

Die Ortsfrequenz *k* (entspricht der reziproken Koordinate im Fourier-Raum der Objekt-Strukturfaktoren) hängt mit dem geometrischen Abstand *r* in folgender Weise zusammen:

(8) $k = \frac{r}{\lambda f}$ (f: Brennweite der Objektivlinse).

Die durch die Potenzialverteilung hervorgerufene relative Phasenverschiebung $\Delta X(r)$ kann als elektronenoptische „Zernike"-Phasenplatte (analog"λ/4-Plättchen" in der Lichtmikroskopie) genutzt werden.

In Fig. 9 und 10 ist die resultierende Phasenkontrast-Transfer-Funktion (PCTF)

(9) $$-1/2\ PCTF((\Delta X(k)) = \sin \Delta X(k)$$

in Abwesenheit aller anderen Linsenaberrationen (d.h. Aufnahme mit Objekt im Gauss-Fokus, alle höheren Aberrationen vernachlässigt) bei Durchgang des ungestreuten Zentralstrahls durch das Phasenplatten-Loch bei r = 0 und für drei verschiedene Lochradien ge-

zeigt. Es ist dabei angenommen, dass das an der Phasenplatte angelegte Potenzial immer so eingestellt wird, dass

$$\Delta X\left(r \to \pm\infty\right) = \pi/2 \text{ oder } 90°.$$

Für ein typisches TEM (U = 200kV, f = 3,0 mm) ist die durch die Phasenplatte (R = 300 nm) erzeugte *PCTF* charakterisiert durch:

Tabelle

-1/2 *PCTF*	k [nm^{-1}]	1/k [nm]
90%	0,058 (0,012)	17 (85)
80%	0,045 (0,009)	22 (110)
53%	0,033 (0,007)	30 (150)

Die Werte in Klammern gelten für ein 200 kV-TEM mit einer verlängerten Brennweite von f = 15 mm.

Die Brennweite z_F der Anordnung lässt sich grob abschätzen:

$$(10) \qquad z_F = -2\frac{\phi_a}{E}.$$

Es darf angenommen werden, dass die unerwünschte Ablenkwirkung der Phasenplatte daher sehr schwach ist, nämlich im Bereich von mehreren Metern, während die Brennweite der Objektivlinse des TEM im Bereich von wenigen Millimetern liegt.

Fig. 11 zeigt TEM-Bilder nativer Membranvesikel mit Eiseinbettung.

a) Konventionelle Aufnahme nahe am Gauß´schen Fokus.

b) Aufnahme des gleichen Objektes mit einer Hilbert-Phasenplatte aus Kohlenstiff-Film in der hinteren Brennebene des Objektivs, im Gauß´schen Fokus. Alle Bilder wurden an einem Tecnai G2 „Polara" mit einer Beschleunigungsspannung von 300 kV und einer 4k x 4k-Pixel CCD-Kamera aufgenommen (mit Binning auf 2k x 2k) und zero-loss energiegefiltert.

Sämtliche in den Anmeldungsunterlagen offenbarten Merkmale werden als erfindungswesentlich beansprucht, sofern sie einzeln oder in Kombination gegenüber dem Stand der Technik neu sind.

Bezugszeichenliste

1	Beleuchtungssystem
2	Elektronenstrahlen
3	Objekt
4	gestreute Elektronenstrahlen
5	Objektivlinse
6	Durchleitung der Elektronenstrahlen durch die Phasenplatte
7	optische Achse
8,8a	Phasenplatte
8c – f	dünne Folie
8g,8h	Phasenplatte
9	Durchgangsöffnung
9a – c	Löcher
10	Elektronenstrahlen
11	Wiedergabeebene
12	Spannung
12a – c	Spannungsquelle
13	Potenzial
14a – c	Trägerfilm
15	Dicke
16,16a – c	Durchmesser
17,18	links- und rechtsseitige Außenwand
19	Objektivlinse
20	Phasenverschiebungsverlauf
21,22	weitere Linsen
23,24,25	Elektronenstrahlen
26	Zwischenbildebene

Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop

Patentansprüche

1. Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop, die in einer Elektronenstrahlbahn (4) angeordnet ist, aus mindestens einer dünnen Folie (8, 8a – h), welche zumindest teilweise für Elektronenstrahlen durchlässig ist,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) aus elektrisch leitfähigem Material besteht, an eine vorbestimmbare elektrische Spannung (12, 12a – e) angeschlossen ist und mindestens eine Durchgangsöffnung (9, 9a – c) aufweist.

2. Phasenplatte nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte senkrecht zu einer optischen Achse (7) des Elektronenmikroskops ausgerichtet ist und die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) sich in Verlaufsrichtung der Elektronenstrahlbahn erstreckt.

3. Phasenplatte nach Anspruch 1 oder 2,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) im Zentrum einer Fläche der Phasenplatte, vorzugsweise auf der optischen Achse (7) des Elektronenmikroskopes (17, 18), angeordnet ist.

4. Phasenplatte nach einem der Ansprüche 1 – 3,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) im Querschnitt kreisförmig ausgebildet ist und einen Radius (16, 16a – c) aus einem Bereich von 0,1 – 20 µm, vorzugsweise 0,3 – 0,8 µm aufweist, oder rechteckförmig ausgebildet ist.

5. Phasenplatte nach einen der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte in einer bezüglich eines zu beobachtenden Objektes (3) hinteren

Brennebene einer Objektivlinse (5, 22), angeordnet ist.

6. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die an der Phasenplatte angelegte Spannung (i.A. Erde) (12, 12a – e) ungleich einer am Ausgang einer Elektronenquelle des Transmissionselektronenmikroskopes (17, 18) vorliegenden Spannung (13, 13a – c) ist.

7. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die an der Phasenplatte angelegte Spannung (12, 12a – c) derart eingestellt ist, dass eine relative Phasenverschiebung (20 - 25) von ungestreuten Elektronenwellen der durch die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) hindurchtretenden Elektronenstrahlen zu gestreuten Elektronenwellen der durch die das leitfähige Material hindurchtretenden Elektronenstrahlen bis $\pm 90°$ beträgt.

8. Phasenplatte nach einem vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) zumindest teilweise auf einem Trägerfilm (14a – c), vorzugsweise aus amorphen Material bestehend, angeordnet ist.

9. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) aus einem, vorzugsweise amorphen, elektrisch leitfähigem Material, wie Gold, Aluminium, Silber, Platin, Titan und Legierungen hiervon besteht.

10. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Platte (8, 8a – h) eine Foliendicke (15, 15a – c) aus einem Bereich von 0,1 – 50 nm, vorzugsweise von 0,3 – 1,0 nm und der Trägerfilm (14, 14a – c) eine Filmdicke aus einem Bereich von 1 – 100 nm, vorzugsweise von 5 – 20 nm, aufweist.

11. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Phasenplatte in einem Verbund von entlang der Elektronenstrahlbahn übereinander angeordneten Phasenplatten (8d – h) angeordnet ist.

12. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Phasenplatte (8g, h), auch in einem Phasenplattenverbund (8g,h), zumindest Teile, vorzugsweise eine Halbebene einer Beugungsbildebene, innerhalb des Elektronenmikroskopes (17, 18) abdeckt.

13. Elektronenmikroskop, das mit mindestens einer Phasenplatte gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche ausgestattet ist.

GEÄNDERTE ANSPRÜCHE
beim Internationalen Büro eingegangen am 29 Januar 2010 (29.01.2010)

1. Phasenplatte, insbesondere für ein Elektronenmikroskop, die in einer Elektronenstrahlbahn (4) angeordnet ist, aus mindestens einer dünnen Folie (8, 8a – h), welche zumindest teilweise für Elektronenstrahlen durchlässig ist,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) aus elektrisch leitfähigem Material besteht, an eine Spannungsquelle (12) zum Anlegen einer vorbestimmbaren elektrischen Spannung (12, 12a – e) angeschlossen ist und mindestens eine Durchgangsöffnung (9, 9a – c) aufweist.

2. Phasenplatte nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte senkrecht zu einer optischen Achse (7) des Elektronenmikroskops ausgerichtet ist und die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) sich in Verlaufsrichtung der Elektronenstrahlbahn erstreckt.

3. Phasenplatte nach Anspruch 1 oder 2,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) im Zentrum einer Fläche der Phasenplatte, vorzugsweise auf der optischen Achse (7) des Elektronenmikroskopes (17, 18), angeordnet ist.

4. Phasenplatte nach einem der Ansprüche 1 – 3,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) im Querschnitt kreisförmig ausgebildet ist und einen Radius (16, 16a – c) aus einem Bereich von 0,1 – 20 µm, vorzugsweise 0,3 – 0,8 µm aufweist, oder rechteckförmig ausgebildet ist.

5. Phasenplatte nach einen der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte in einer bezüglich eines zu beobachtenden Objektes (3) hinteren Brennebene einer Objektivlinse (5, 22) angeordnet ist.

6. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die an der Phasenplatte angelegte Spannung (12, 12a – e) ungleich einer am Ausgang einer Elektronenquelle des Transmissionselektronenmikroskopes (17, 18) vorliegenden Spannung (13, 13a – c) ist.

7. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die an der Phasenplatte angelegte Spannung (12, 12a – c) derart eingestellt ist, dass eine relative Phasenverschiebung (20 - 25) von ungestreuten Elektronenwellen der durch die Durchgangsöffnung (9, 9a – c) hindurchtretenden Elektronenstrahlen zu gestreuten Elektronenwellen der durch die das leitfähige Material hindurchtretenden Elektronenstrahlen bis $\pm 90°$ beträgt.

8. Phasenplatte nach einem vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) zumindest teilweise auf einem Trägerfilm (14a – c), vorzugsweise aus amorphen Material bestehend, angeordnet ist.

9. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Folie (8, 8a – h) aus einem, vorzugsweise amorphen, elektrisch leitfähigem Material, wie Gold, Aluminium, Silber, Platin, Titan und Legierungen hiervon besteht.

10. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die dünne Platte (8, 8a – h) eine Foliendicke (15, 15a – c) aus einem Bereich von 0,1 – 50 nm, vorzugsweise von 0,3 – 1,0 nm und der Trägerfilm (14, 14a – c) eine Filmdicke aus einem Bereich von 1 – 100 nm, vorzugsweise von 5 – 20 nm, aufweist.

11. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte in einem Verbund von entlang der Elektronenstrahlbahn übereinander angeordneten Phasenplatten (8d – h) angeordnet ist.

12. Phasenplatte nach einem der vorangegangenen Ansprüche,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Phasenplatte (8g, h), auch in einem Phasenplattenverbund (8g,h), zumindest Teile, vorzugsweise eine Halbebene einer Beugungsbildebene, innerhalb des Elektronenmikroskopes (17, 18) abdeckt.

13. Elektronenmikroskop, das mit mindestens einer Phasenplatte gemäß einem der vorangegangenen Ansprüche ausgestattet ist.

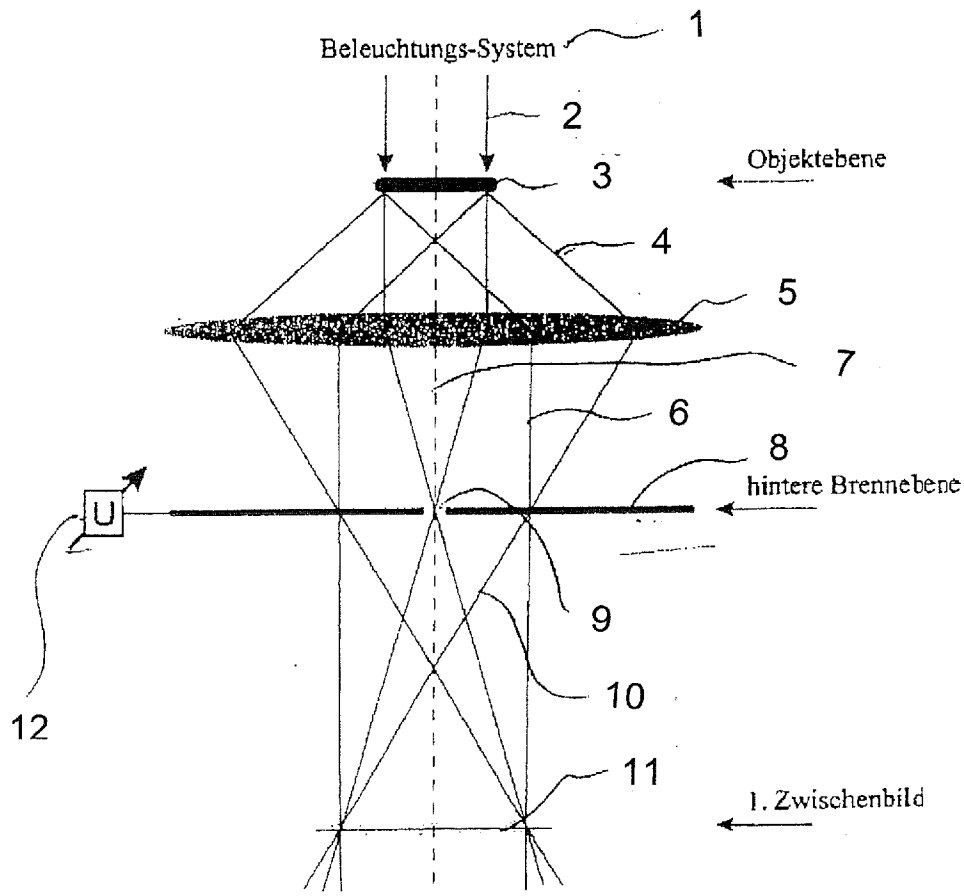

Beleuchtungs-System
1
2
3
Objektebene
4
5
7
6
8
hintere Brennebene
U
9
10
11
12
1. Zwischenbild

Fig. 1

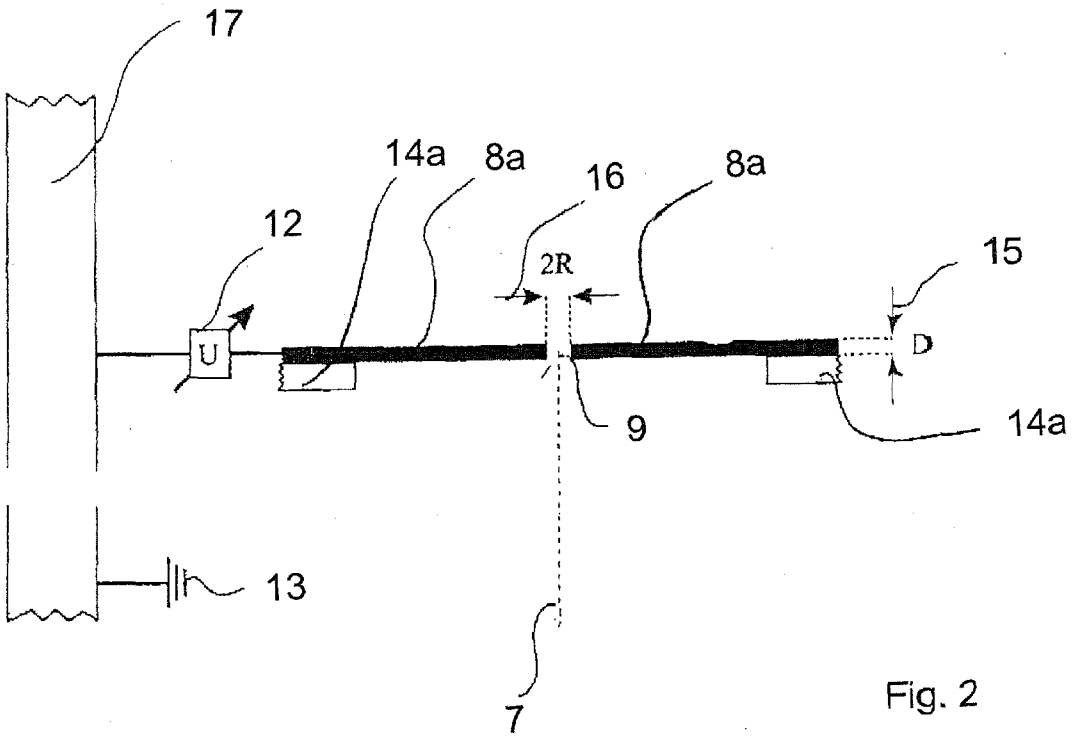


Fig. 2

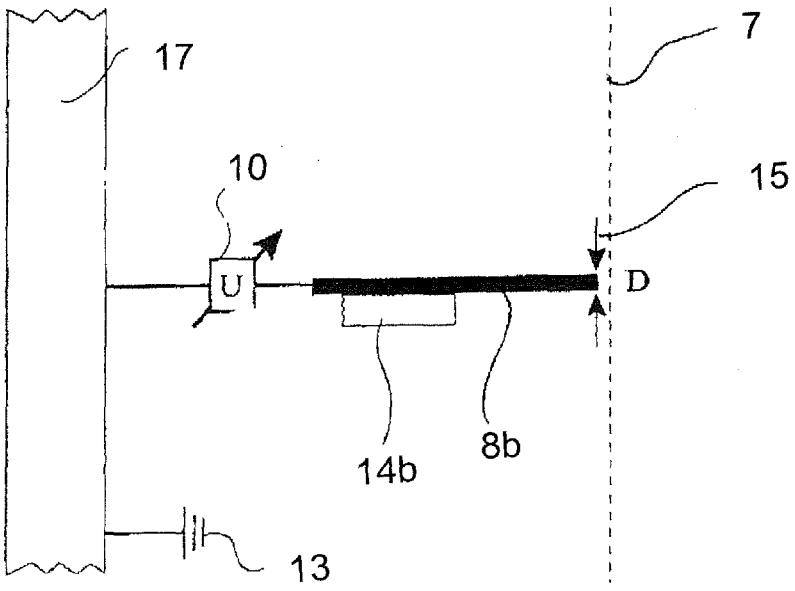


Fig. 3

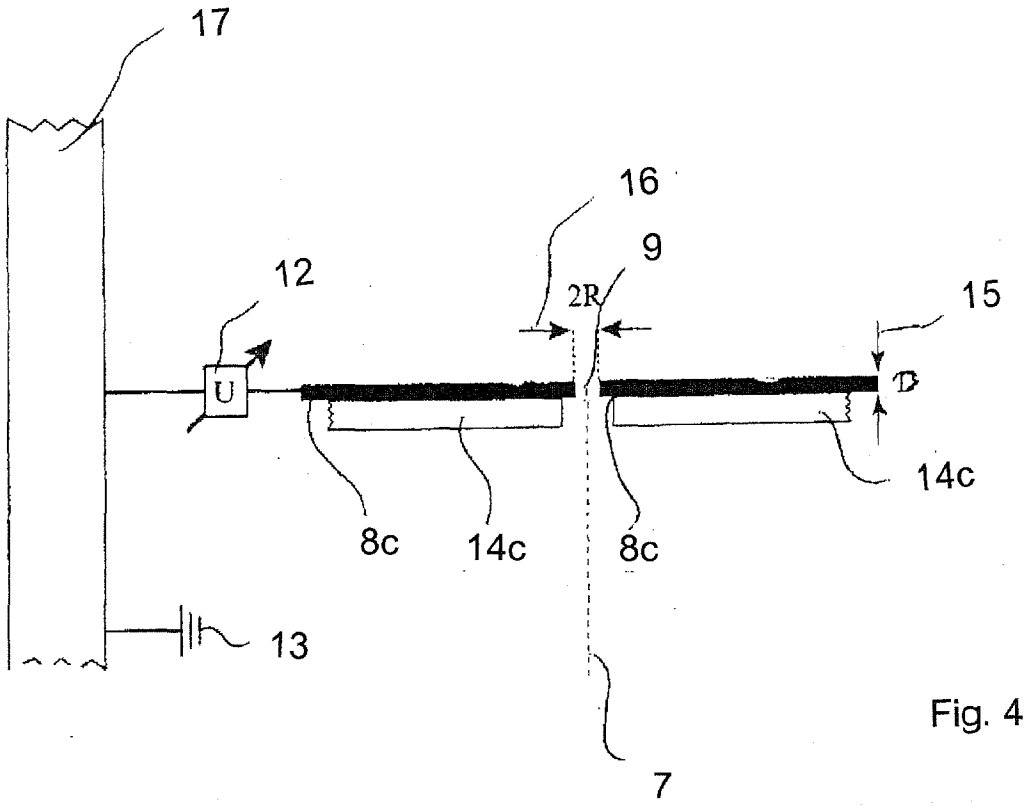

17
16
9
12
2R
15
U
D
14c
8c
14c
8c
13
7

Fig. 4

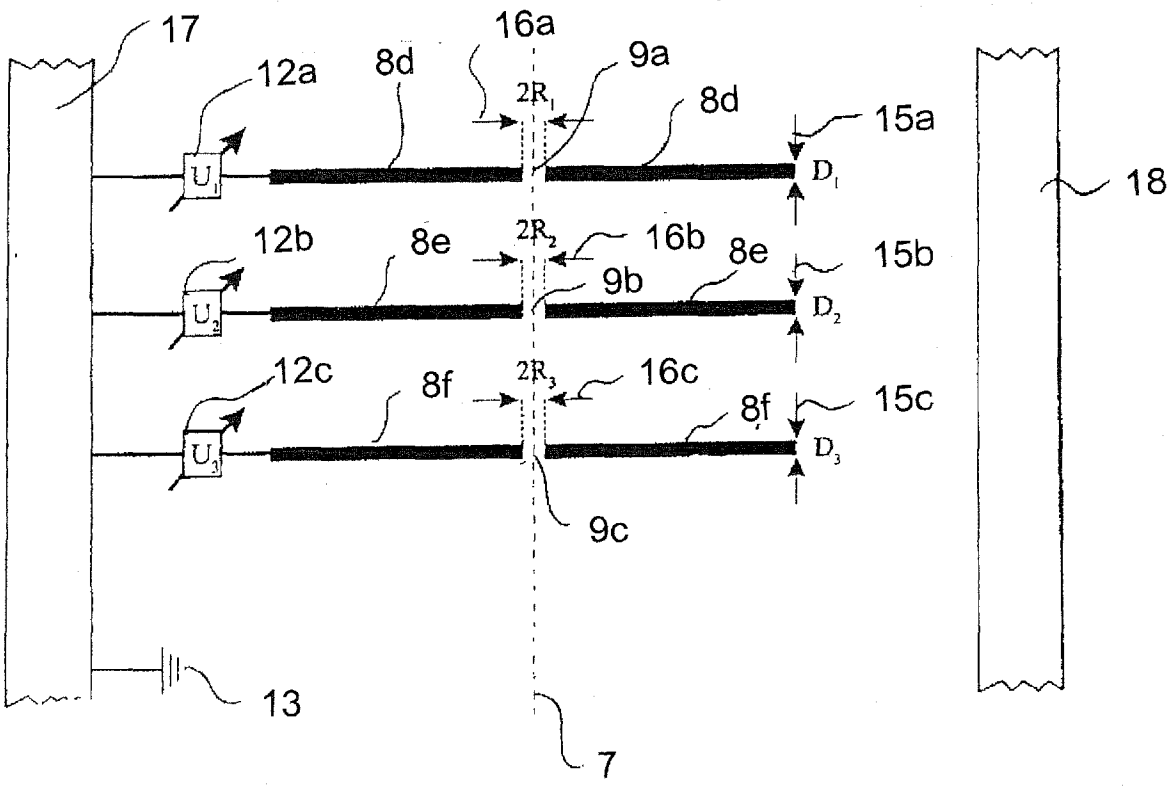

17
16a
12a
8d
9a
2R1
8d
15a
U1
D1
18
12b
8e
2R2
16b
8e
15b
9b
U2
D2
12c
8f
2R3
16c
8f
15c
U3
D3
9c
13
7

Fig. 5

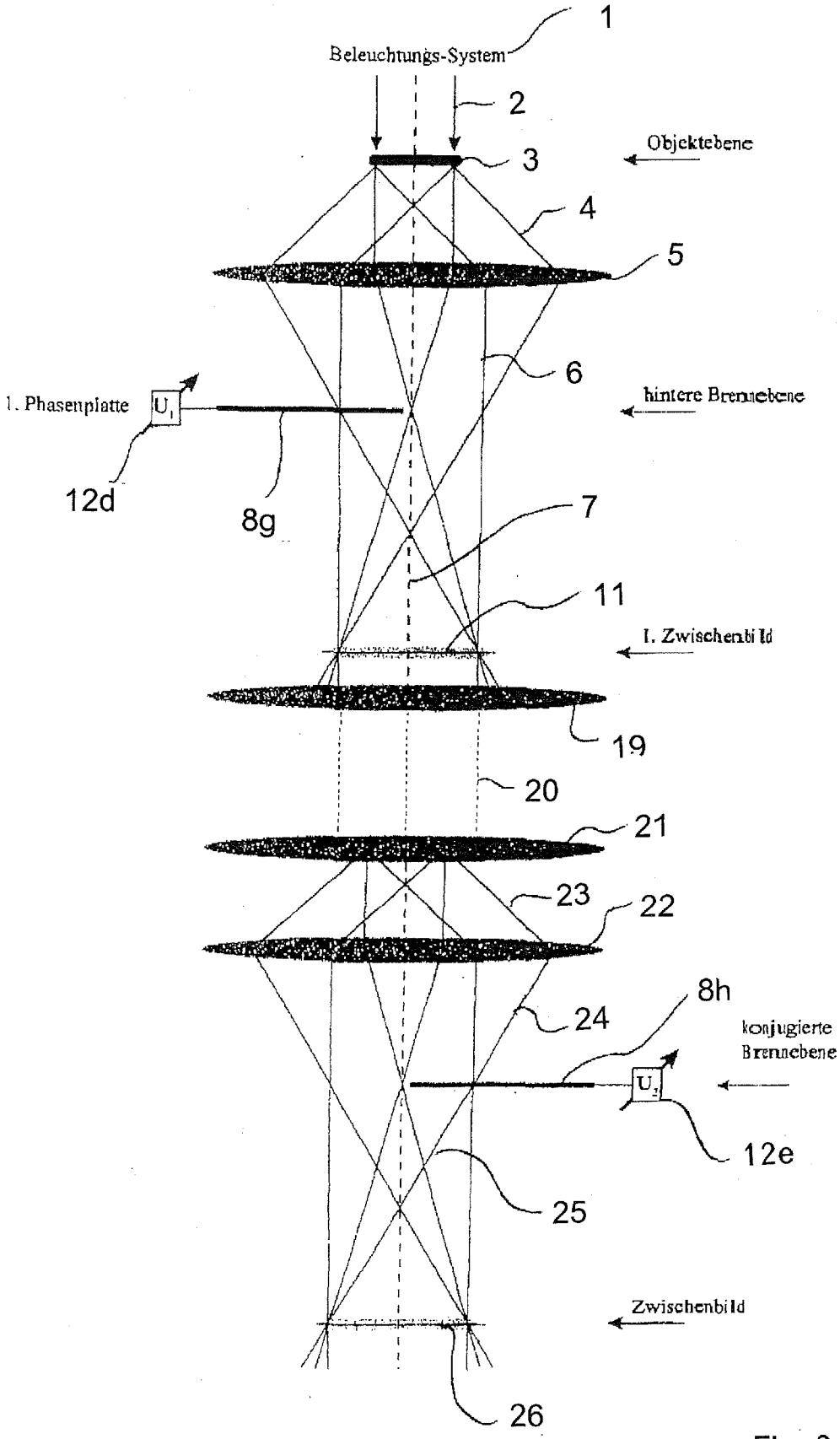

1
Beleuchtungs-System
2
3
Objektebene
4
5
6
1. Phasenplatte
U1
hintere Brennebene
12d
8g
7
11
I. Zwischenbild
19
20
21
23
22
8h
24
konjugierte
Brennebene
U2
12e
25
Zwischenbild
26

Fig. 6

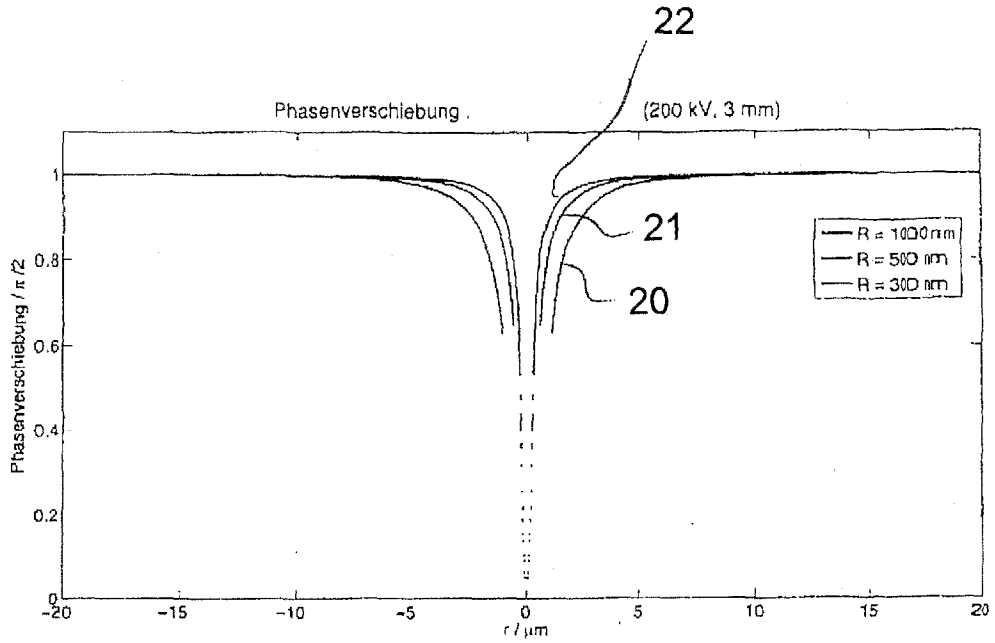

22
Phasenverschiebung .
(200 kV, 3 mm)
21
20
R = 1000 nm
R = 500 nm
R = 300 nm
Phasenverschiebung / π /2
r / µm

Fig. 7

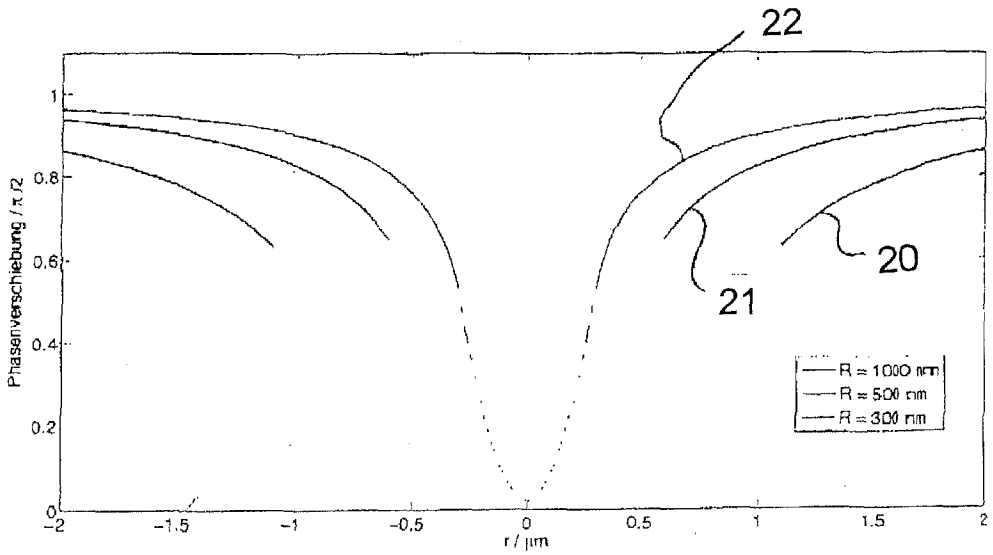

22
20
21
R = 1000 nm
R = 500 nm
R = 300 nm
Phasenverschiebung / π /2
r / µm

Fig. 8

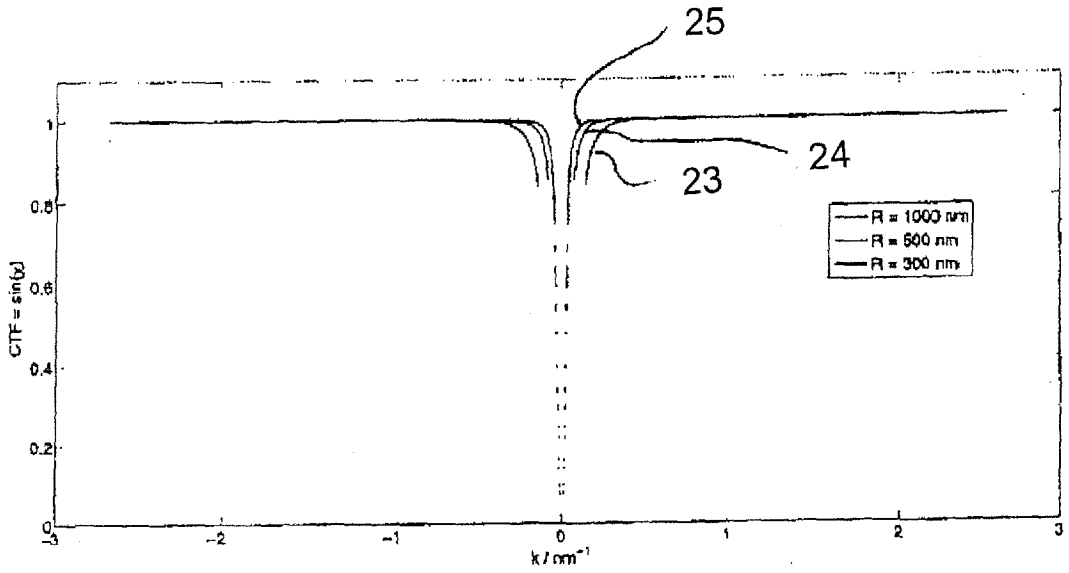

25
24
23
R = 1000 nm
R = 500 nm
R = 300 nm
CTF = sin(χ)
k / nm⁻¹

Fig. 9

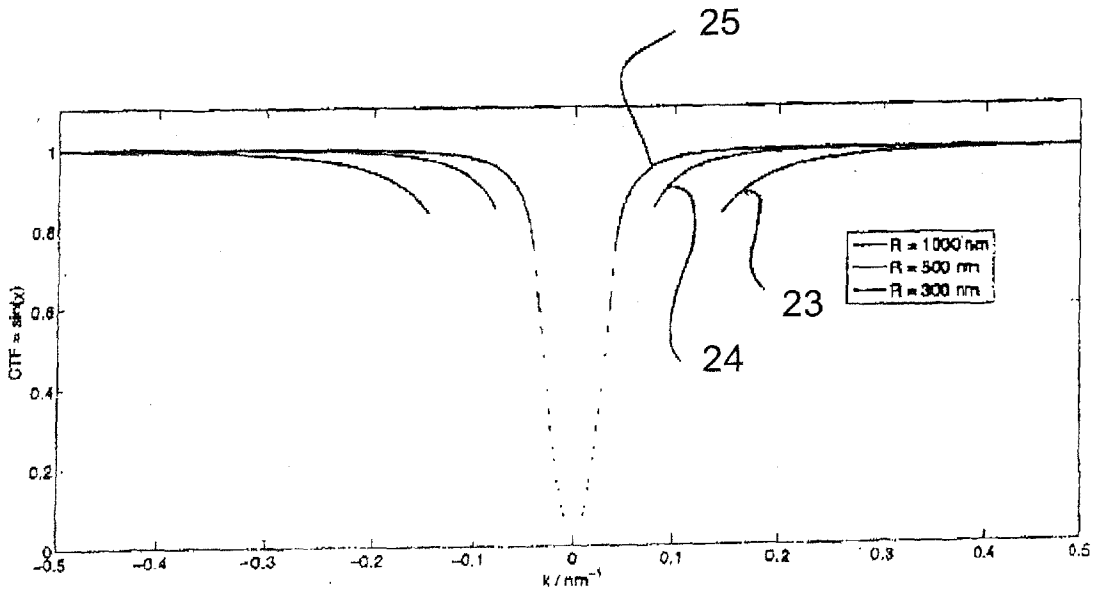

25
23
24
R = 1000 nm
R = 500 nm
R = 300 nm
CTF = sin(χ)
k / nm⁻¹

Fig. 10

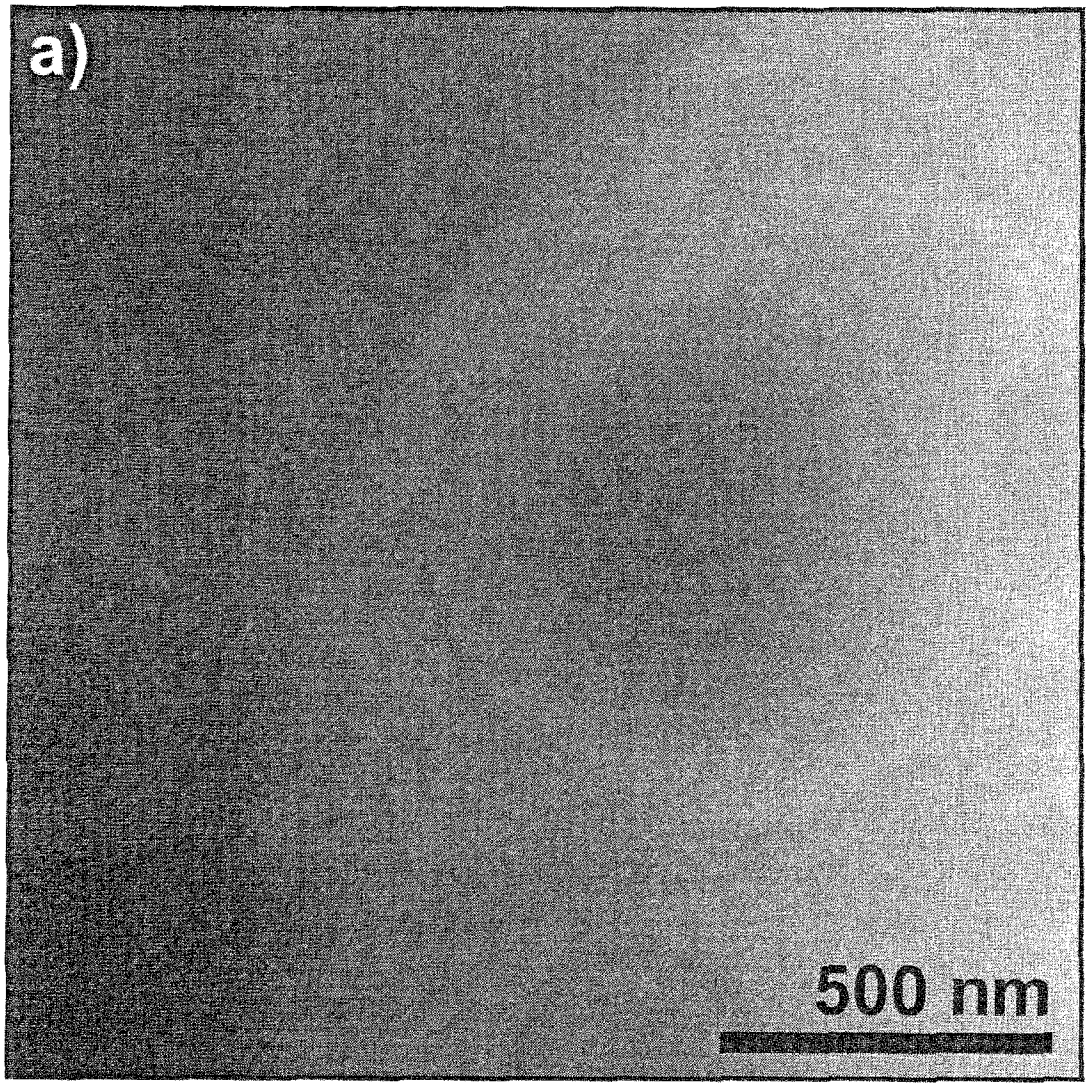


Fig. 11a

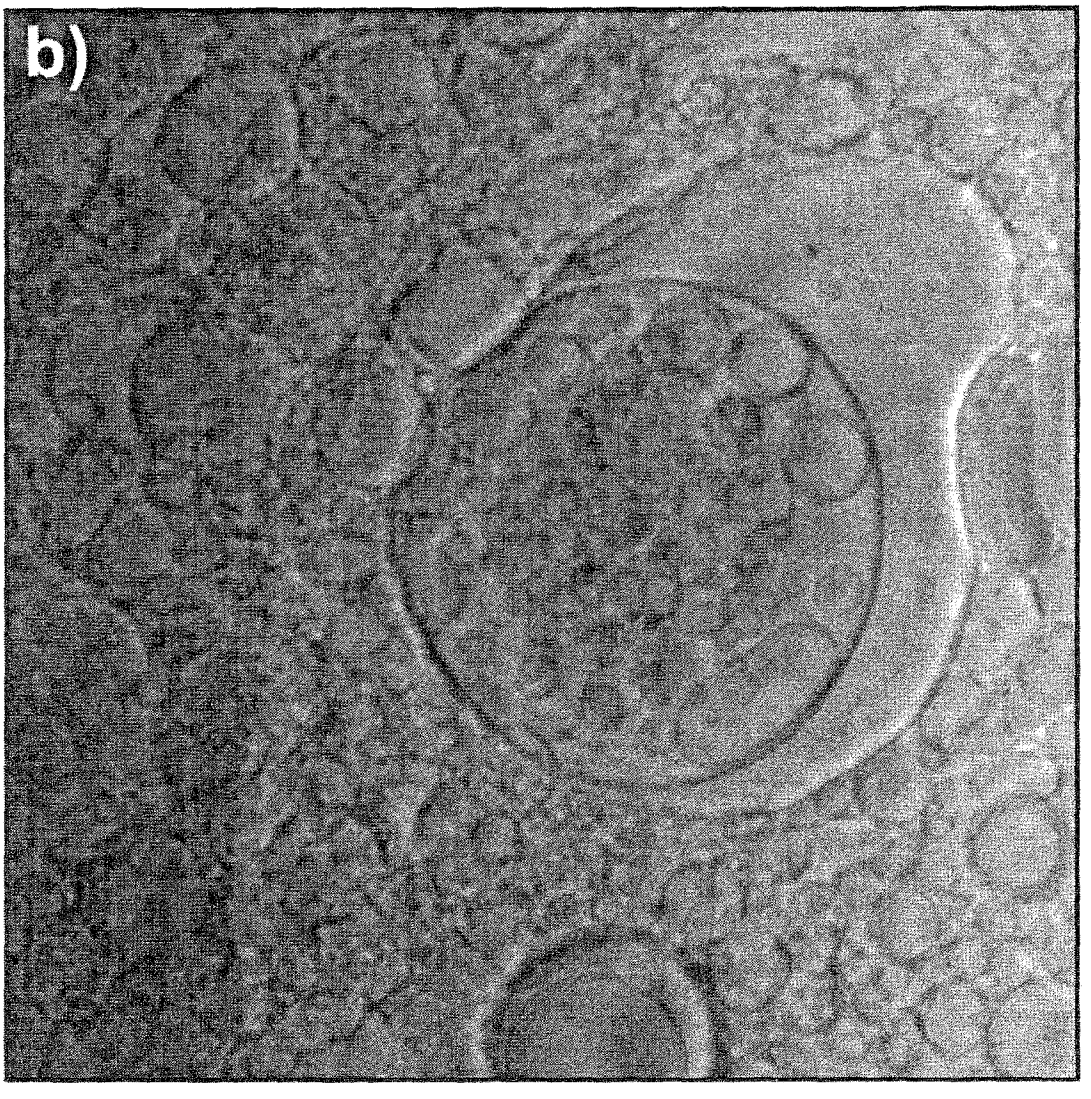


Fig. 11b

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/060892

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. H01J37/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01J

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, BIOSIS, COMPENDEX, EMBASE, INSPEC, IBM-TDB

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 845 551 A (KEK HIGH ENERGY ACCELERATOR [JP]) 17 October 2007 (2007-10-17) abstract; figures 1-3 paragraphs [0001], [0002], [0004], [0005], [0007] - [0014] paragraphs [0021] - [0023], [0025], [0026], [0031], [0032] ----- -/--	1-13

[X] Further documents are listed in the continuation of Box C.

[X] See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
19 November 2009	01/12/2009

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Giovanardi, Chiara

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2009/060892

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	KUNIAKI NAGAYAMA: "Development of phase plates for electron microscopes and their biological application" EUROPEAN BIOPHYSICS JOURNAL ; WITH BIOPHYSICS LETTERS, SPRINGER, BERLIN, DE, vol. 37, no. 4, 8 February 2008 (2008-02-08), pages 345-358, XP019586216 ISSN: 1432-1017 abstract; figures 5,7 page 345, column 1, line 16 - column 2, line 16 page 350, column 1, line 7 - page 352, column 1, line 53 page 354, column 2, line 1 - page 355, column 2, line 23 page 356, column 2, lines 5-9	1-8,12, 13
A	EP 1 959 475 A (ZEISS CARL NTS GMBH [DE]; MAX PLANCK GESELLSCHAFT [DE]) 20 August 2008 (2008-08-20) abstract; figure 1- paragraphs [0001], [0006], [0007] paragraphs [0015] - [0017], [0023], [0024] paragraphs [0027], [0029], [0031] paragraphs [0046], [0047], [0049], [0058], [0069]	
A	US 5 814 815 A (MATSUMOTO TAKAO [JP] ET AL) 29 September 1998 (1998-09-29) claim 1; figures 1a-b,2,5 column 1, line 1 - column 2, line 15 column 3, lines 24-44 column 3, line 56 - column 4, line 30 column 5, lines 1-11,27-39,53-65 column 6, lines 16-31 column 7, line 63 - column 8, line 32 column 8, lines 40-48 column 9, lines 36-38	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2009/060892

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP 1845551	A	17-10-2007	JP	2006162805 A	22-06-2006
			WO	2006059803 A1	08-06-2006
			US	2008202918 A1	28-08-2008
EP 1959475	A	20-08-2008	DE	102007007923 A1	21-08-2008
			JP	2008198612 A	28-08-2008
			US	2008296509 A1	04-12-2008
US 5814815	A	29-09-1998	EP	0782170 A2	02-07-1997

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2009/060892

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. H01J37/26

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
H01J

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)
EPO-Internal, WPI Data, BIOSIS, COMPENDEX, EMBASE, INSPEC, IBM-TDB

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 1 845 551 A (KEK HIGH ENERGY ACCELERATOR [JP]) 17. Oktober 2007 (2007-10-17) Zusammenfassung; Abbildungen 1-3 Absätze [0001], [0002], [0004], [0005], [0007] - [0014] Absätze [0021] - [0023], [0025], [0026], [0031], [0032] --- -/--	1-13

[X] Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen [X] Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :
"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist
"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden
"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
19. November 2009	01/12/2009

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde	Bevollmächtigter Bediensteter
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Fax: (+31–70) 340–3016	Giovanardi, Chiara

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2009/060892

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	KUNIAKI NAGAYAMA: "Development of phase plates for electron microscopes and their biological application" EUROPEAN BIOPHYSICS JOURNAL ; WITH BIOPHYSICS LETTERS, SPRINGER, BERLIN, DE, Bd. 37, Nr. 4, 8. Februar 2008 (2008-02-08), Seiten 345-358, XP019586216 ISSN: 1432-1017 Zusammenfassung; Abbildungen 5,7 Seite 345, Spalte 1, Zeile 16 - Spalte 2, Zeile 16 Seite 350, Spalte 1, Zeile 7 - Seite 352, Spalte 1, Zeile 53 Seite 354, Spalte 2, Zeile 1 - Seite 355, Spalte 2, Zeile 23 Seite 356, Spalte 2, Zeilen 5-9	1-8,12, 13
A	EP 1 959 475 A (ZEISS CARL NTS GMBH [DE]; MAX PLANCK GESELLSCHAFT [DE]) 20. August 2008 (2008-08-20) Zusammenfassung; Abbildung 1- Absätze [0001], [0006], [0007] Absätze [0015] - [0017], [0023], [0024] Absätze [0027], [0029], [0031] Absätze [0046], [0047], [0049], [0058], [0069]	
A	US 5 814 815 A (MATSUMOTO TAKAO [JP] ET AL) 29. September 1998 (1998-09-29) Anspruch 1; Abbildungen 1a-b,2,5 Spalte 1, Zeile 1 - Spalte 2, Zeile 15 Spalte 3, Zeilen 24-44 Spalte 3, Zeile 56 - Spalte 4, Zeile 30 Spalte 5, Zeilen 1-11,27-39,53-65 Spalte 6, Zeilen 16-31 Spalte 7, Zeile 63 - Spalte 8, Zeile 32 Spalte 8, Zeilen 40-48 Spalte 9, Zeilen 36-38	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2009/060892

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 1845551 A	17-10-2007	JP 2006162805 A	22-06-2006
		WO 2006059803 A1	08-06-2006
		US 2008202918 A1	28-08-2008
EP 1959475 A	20-08-2008	DE 102007007923 A1	21-08-2008
		JP 2008198612 A	28-08-2008
		US 2008296509 A1	04-12-2008
US 5814815 A	29-09-1998	EP 0782170 A2	02-07-1997