

Vorbereitungsunterlagen zur Praktikumsübung
Rasterelektronenmikroskopie
Im Rahmen des Praktikums für Fortgeschrittene, LV 511.121
Sommersemester 2013



Raster-Elektronenmikroskop: FEI ESEM Quanta 200

DI Dr. Armin Zankel, DI Dr. Herbert Reingruber

**Forschungsinstitut für Elektronenmikroskopie (FELMI)
Steyrergasse 17
armin.zankel@felmi-zfe.at
Tel: 0316/873-8832**

Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Das Rasterelektronenmikroskop basiert auf der Abrasterung der Probenoberfläche mittels eines feingebündelten Elektronenstrahls. Im Gegensatz zum Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) können auch „massive“ Proben untersucht werden (Abb. 1). Die Probe muss also nicht elektronentransparent (dünn) sein. Der komplette Abbildungsvorgang findet im Hochvakuum statt, um Wechselwirkungen von Strahlelektronen mit Atomen und Molekülen in der Probenkammer zu vermeiden und um Überschlüge zu verhindern, die die Elektronenquelle und den Detektor zerstören würden.

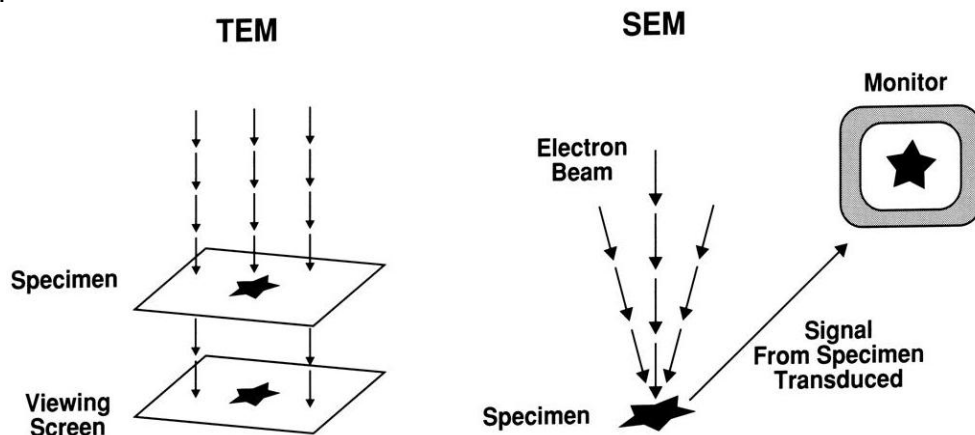


Abb. 1: Die beiden Elektronenmikroskop-Typen: TEM – REM (SEM) [4]

Mit Hilfe von elektromagnetischen Spulen wird der Elektronenstrahl auf einen Punkt auf der Probe fokussiert. Trifft der Elektronenstrahl auf die Probe, sind verschiedene elastische und inelastische Wechselwirkungen möglich, deren Detektion Informationen über die Beschaffenheit der Probe geben. Der Primärelektronenstrahl wird wie bei einem Röhrenmonitor zeilenweise über die Oberfläche der Probe geführt - dieser Vorgang wird als Rastern bezeichnet - während Signale von verschiedenen Detektoren (SE, BSE, EDX) aufgefangen und in Grauwertinformationen umgewandelt und synchron auf einem Bildschirm dargestellt werden. Sind alle Zeilen des Bildes abgetastet, fängt das Rastern wieder am linken oberen Bildrand an und ein neues Bild wird erzeugt. Die vergrößernde Wirkung ergibt sich durch die Darstellung der Signale von der abgerasterten Probenstelle am Bildschirm. Dadurch ergibt sich die Vergrößerung des Bildes:

$$\text{magnification} = \frac{\text{width on screen}}{\text{scan length on sample}} \quad (1)$$

Wechselwirkung zwischen Elektronen und Materie

Die Wechselwirkung von Elektronen des Primärstrahls und den Atomen der Probe erzeugt eine Vielzahl von Signalen (Abb. 2). Prinzipiell kann man zwischen zwei Mechanismen unterscheiden, der elastischen und der inelastischen Streuung von Elektronen in Festkörpern. Die Streuprozesse führen zu einer Zick-zack-Bewegung der Elektronen im Festkörper, bis sie die Probe als Rückstreuelektronen verlassen oder so weit abgebremst werden, dass sie im Festkörper stecken bleiben. Die am häufigsten genutzten Signale in der Rasterelektronenmikroskopie sind Sekundärelektronen (Secondary Electrons, SE), Rückstreuelektronen (Backscattered Electrons, BSE) und die charakteristische Röntgenstrahlung (Abb. 3).

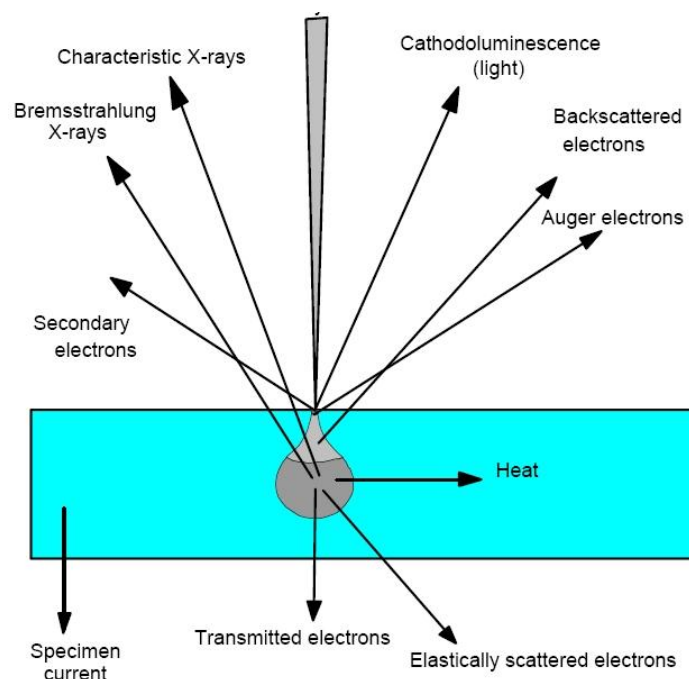


Abb. 2: Wechselwirkung von Primärelektronen mit der Probe [3]

Elastische Streuung

Bei der elastischen Streuung wird das Elektron vom Coulombfeld des Atomkerns der Probe ohne Energieverlust abgelenkt und verändert lediglich seine Bahn. Dabei bleibt die kinetische Energie des Elektrons erhalten. Diese Wechselwirkung ist vor allem bei der Entstehung von Rückstreuelektronen von großer Bedeutung.

Inelastische Streuung

Bei der inelastischen Streuung wird das Elektron nicht nur abgelenkt, sondern ein Teil seiner kinetischen Energie wird auf die Atome der Probe übertragen. Dies führt dazu, dass Sekundärteilchen, z.B. Sekundärelektronen (locker gebundene Elektronen in den Außenschalen), die Probe verlassen.

Prinzipiell kann die Energieübertragung in eine oder mehrere der folgenden Wechselwirkungen erfolgen.

- Anregung von Schwingungen in Molekülen bzw. von Phononen im Festkörper ($\Delta E = 0,02 - 1 \text{ eV}$)
- Anregung von kollektiven Schwingungen (Plasmonen) der Elektronen im Valenz- oder Leitungsband ($\Delta E = 15 - 30 \text{ eV}$)
- Anregung eines Elektrons von einem Energieniveau einer Schale auf ein anderes (Intrabandübergänge) oder von einer Schale auf eine andere (Interbandübergänge), oder Entstehung von Elektron-Loch-Paaren in Halbleitern ($\Delta E = 1 - 150 \text{ eV}$)
- Ionisierung von Atomen durch die Wechselwirkung der Primärelektronen mit Elektronen der inneren Schalen => indirekte Entstehung von Augerelektronen und charakteristischer Röntgenstrahlung ($\Delta E = 50 \text{ eV} - 100 \text{ keV}$)
- Abbremsung der Elektronen im Coulombfeld des Kerns => Entstehung von Röntgenbremsstrahlung ($\Delta E < \text{Primärenergie}$)

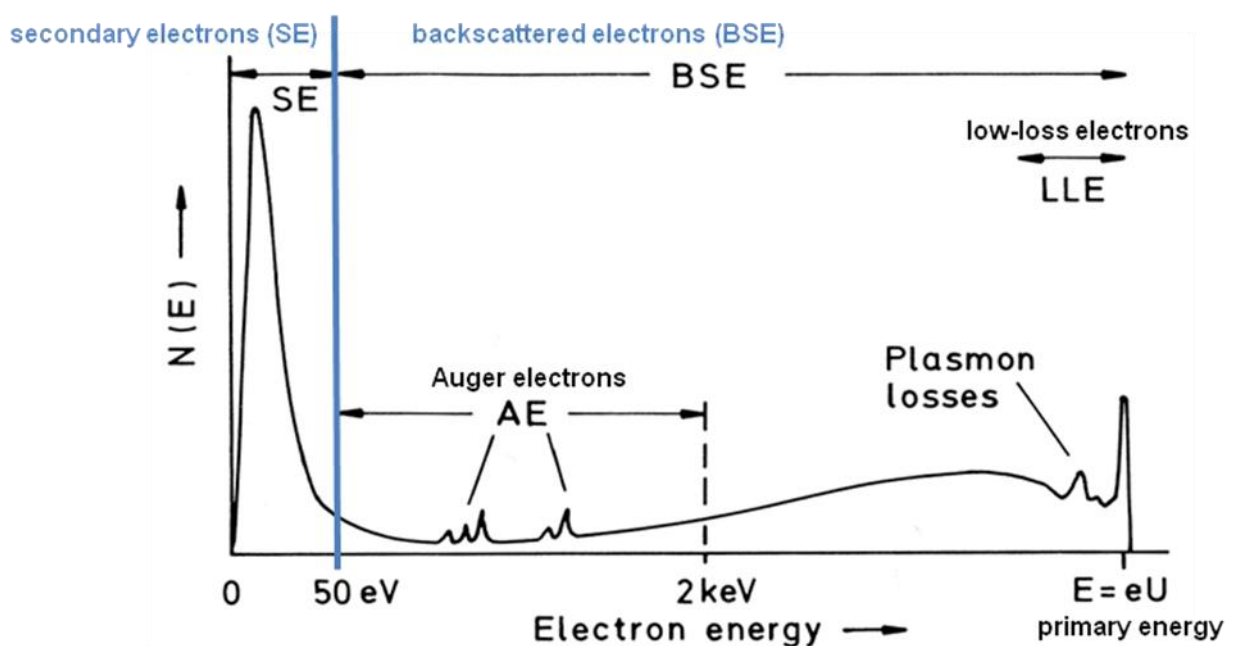


Abb. 3: Energiespektrum von emittierten Elektronen [2]

Aufbau eines REM

• Elektronenquelle

Die Elektronenquelle emittiert Elektronen, die zur Anode hin mit einer definierten Spannung beschleunigt werden (0,1 – 30 keV), wobei ein Elektronenstrahl mit einer gewissen Energiebreite entsteht. Das Kriterium für die Güte einer Elektronenquellen ist der Richtstrahlwert (Brightness), der als Stromdichte pro Raumwinkel definiert ist.

• Elektronenlinsen

Der Elektronenstrahl wird in einem REM durch elektromagnetische Linsen gelenkt und fokussiert. Durch das Linsensystem wird das Bild der Elektronenquelle auf die Probe verkleinert abgebildet, um einen möglichst kleinen Strahldurchmesser zu erzeugen. Kondensorlinsen bündeln den Strahl und die Objektivlinse fokussiert ihn schließlich auf die Probenoberfläche. Mit Hilfe der elektromagnetischen Felder der Ablenkspulen wird er zeilenförmig über die Probenoberfläche bewegt.

• Vakuumsystem

Das Vakuumsystem sorgt dafür, dass die Elektronen auf ihrem Weg nicht durch Kollisionen mit Gasatomen oder mit Gasmolekülen von ihrer Bahn abgelenkt werden. Weiters würde es durch die hohen elektrischen Feldstärken in der Nähe der Elektronenquelle und der Detektoren zu Ionisation kommen und damit zu elektrischen Überschlügen. Solche Überschlüge können natürlich sowohl die Elektronenquelle als auch die sensiblen elektronischen Detektoren beschädigen.

• Probenhalterung

Die Probenhalterung (Stage) garantiert eine stabile Lage der Probe in der Probekammer. Sie ist in fünf Koordinaten beweglich in x, y, z, t (tilt) und r (rotation) und ermöglicht somit ein ökonomisches Arbeiten mit mehreren gleichzeitig eingebauten Proben.

• Detektoren

Sie registrieren in einem konventionellen REM Rückstreuелеktronen (BSE), Sekundärelektronen (SE) und die entstehende charakteristische Röntgenstrahlung (X-rays).

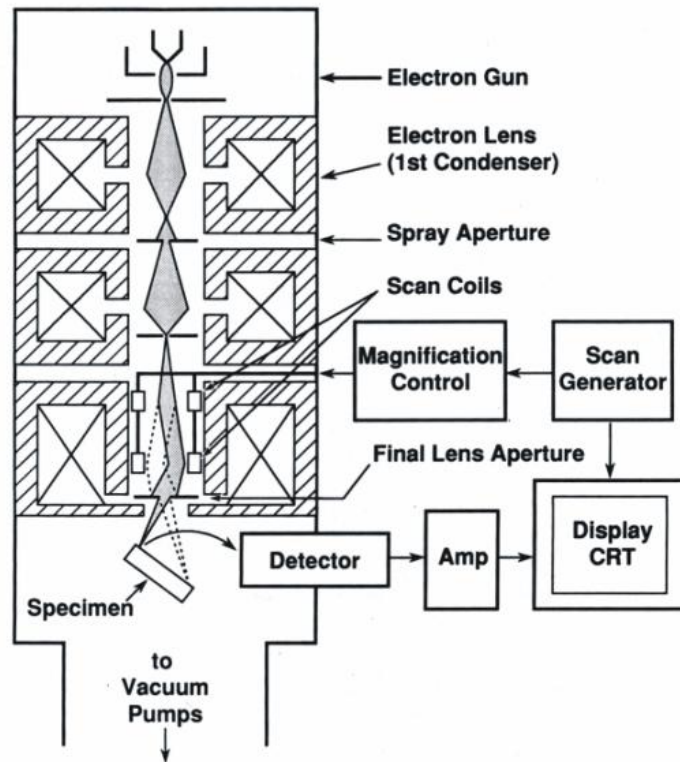
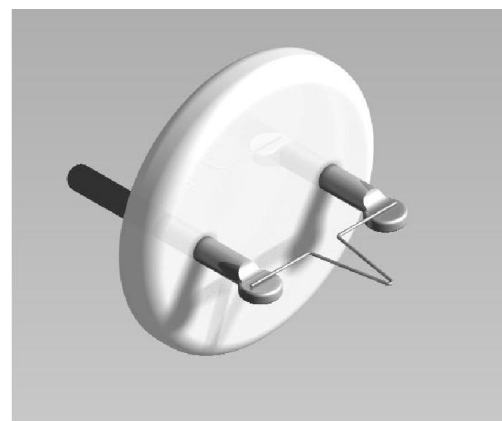
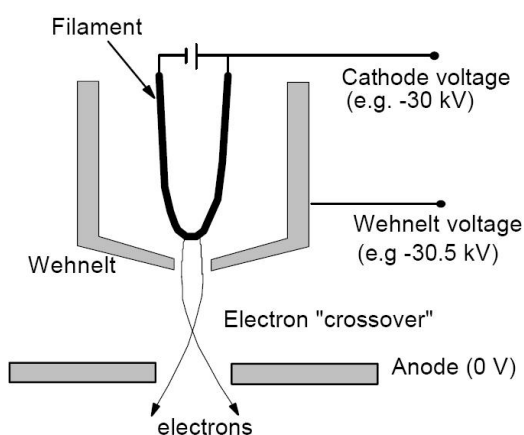


Abb. 4: Aufbau eines REM [1]

Elektronenquelle:

Das strahlerzeugende System eines REM besteht aus Kathode, Wehneltzylinder und Anode. Die Kathode emittiert die Elektronen, die zur Anode hin beschleunigt und durch den Wehneltzylinder am Ort der Anode gebündelt werden. Die Qualität der Elektronenquelle wird durch den Richtstrahlwert definiert, welcher durch Stromdichte pro Raumwinkel definiert ist.



*Tungsten (W) Filament Cathode
mounted on standard AEI glass base (4 X)*

Abb. 5: Elektronenquelle: Kathode aus Wolfram

Die wichtigsten Bauarten von Kathoden sind:

- haarnadelförmige geheizte Kathoden aus Wolfram (relativ billig, einfach in der Handhabung), nachteilig ist die geringe Lebensdauer (ca. 200 h) und der geringe Richtstrahlwert (im ESEM Qanta 200 verwendet, Abb.5)
- Kathoden aus einem LaB_6 (Lanthan-Hexaborid) - Einkristall (Faktor 10-fach höherer Richtstrahlwert, teurer, aber auch längere Lebensdauer)
- Feldemissionskathoden (FEG), durch ein sehr starkes elektrische Feld ($E \sim 10^9 \text{ V/m}$) können die Elektronen an der feinen Wolframspitze den Potentialwall durchtunneln \Rightarrow Emission von Elektronen ohne thermische Zufuhr von Energie möglich, Faktor 10000-fach höherer Richtstrahlwert, aber UHV (ultra high vacuum) notwendig. Daher ist ein sehr aufwendiges Vakuumsystem notwendig. Das System ist wesentlich teurer, und das Alignment aufwendiger. Es hat aber auch eine höhere Lebensdauer (ca. 10000 h)

Die de Broglie-Gleichung beschreibt die Wellenlänge der austretenden Elektronen:

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} \quad (2)$$

λ Wellenlänge [m]

h Plancksches Wirkungsquantum $h = 6,62 \cdot 10^{-32} \text{ J/s}$

m relativistische Masse des Elektrons [kg]

v Geschwindigkeit des Elektrons [m/s]

Bei der Berücksichtigung der relativistischen Masse des Elektrons und der Berechnung der Geschwindigkeit aus dem Energieerhaltungssatz erhält man folgenden Zusammenhang:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 \cdot m_0 \cdot e \cdot U \cdot \left(1 + \frac{e \cdot U}{2 \cdot m_0 \cdot c^2}\right)}} \quad (3)$$

m_0 Ruhemasse des Elektrons ($m_0 = 9,11 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$)

e Elementarladung ($e = 1,60 \cdot 10^{-19} \text{ As}$)

U Beschleunigungsspannung [V]

c Lichtgeschwindigkeit ($c = 2,99 \cdot 10^8 \text{ m/s}$)

Daraus ergibt sich bei einer Beschleunigungsspannung von 10 kV eine Wellenlänge des Elektrons von 12,2 pm. Bei einem Lichtmikroskop ist die Auflösung durch die Wellenlänge des Lichtes beschränkt. Durch die wesentlich kleinere Wellenlänge der Elektronen lässt sich eine wesentlich bessere Auflösung erzielen. Limitierend bei einem REM ist die Tatsache, dass durch die Linsenfehler nicht auf einen beliebig kleinen Spot fokussiert werden kann und dass die zur Bildgebung genutzten Signale aus einem wesentlich größeren Volumen der Probe stammen (Interaktionsvolumen).

Elektronenoptik:

In einem REM werden meistens 2 oder 3 magnetische Linsen genutzt, um den gebündelten Strahl des Wehneltzylinders auf die Probe zu verkleinern. Ziel ist es, einen möglichst kleinen fokussierten Punkt auf der Probenoberfläche zu realisieren (Abb. 6).

In Analogie zur Lichtoptik werden Elektronen in magnetischen Linsen durch die Lorentzkraft abgelenkt und fokussiert. Im Gegensatz zu einer Glaslinse mit fester Brennweite kann allerdings bei einer elektromagnetischen Linse die Brennweite variiert werden, allerdings können die Elektronen nur gebündelt werden, eine Zerstreuungslinse gibt es in diesem Zusammenhang nicht.

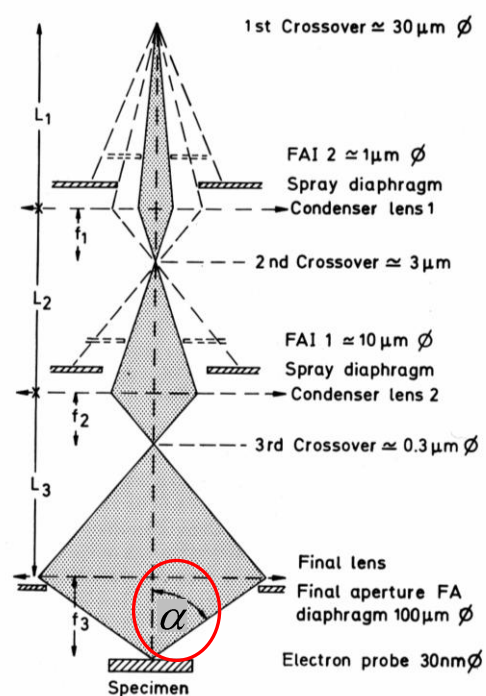


Abb. 6: Linsensystem eines REM's [2] FAI - (Final Apertur Image)

Der Winkel α ist im Gegensatz zum Lichtmikroskop sehr klein (im mrad-Bereich).

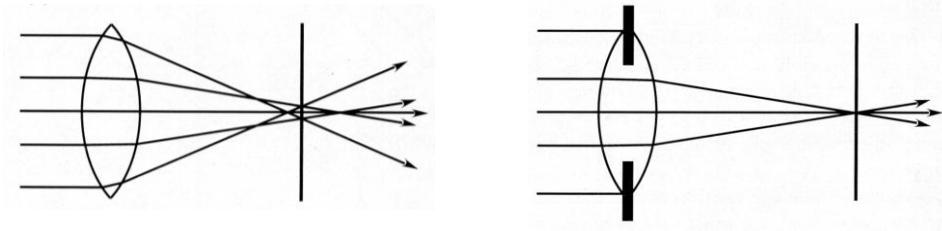
Linsenfehler:

Die wichtigsten Linsenfehler sind:

- **Öffnungsfehler oder sphärische Aberration C_s**

Achsennahe und achsenferne Strahlen haben eine andere Brennweite

→ Abhilfe: Verwendung von Blenden

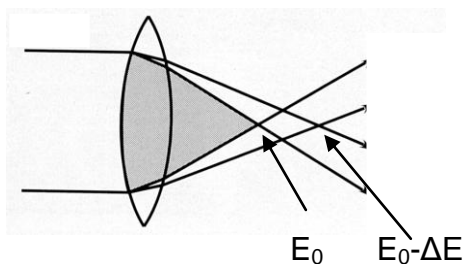


$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3 \quad (4)$$

d_s Strahldurchmesser aufgrund der sphärischen Aberration

- **Farbfehler oder chromatische Aberration C_c**

Elektronen mit unterschiedlichen Energien ($E_0 \pm \Delta E$) haben eine andere Brennweite, Elektronen mit einer höheren Energie werden stärker abgelenkt als Elektronen mit geringerer Energie.

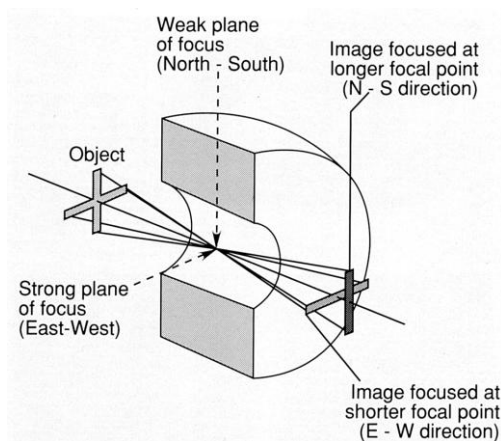


$$d_c = C_c \frac{\Delta E}{E_0} \alpha \quad (5)$$

d_c Strahldurchmesser aufgrund der chromatischen Aberration

- **Axialer Astigmatismus d_A**

Die rotationssymmetrischen Spulenkörper haben immer eine kleine Abweichung von der Idealform (auch Verunreinigungen und Aufladungen können einen Einfluss haben), Elektronen, die in einer Ebene senkrecht zu einer anderen einfallen, haben unterschiedliche Brennweiten. Der axiale Astigmatismus lässt sich durch zwei zueinander senkrecht stehende Zylinderlinsen korrigieren.



$$d_A = \Delta f_A \alpha \quad (6)$$

- **Beugungsfehler d_d**

Aufgrund der endlichen Ausdehnung der Blenden ergibt sich der Beugungsfehler. Je kleiner die Blende desto größer wird der Beugungsfehler und ist prinzipiell nicht korrigierbar!

$$d_d = \frac{0.6\lambda}{\alpha} \quad (7)$$

vgl. Lichtmikroskop: $d_d = \frac{0.6\lambda}{n \sin \alpha}$ d.h. beim Lichtmikroskop wird α möglichst groß gewählt, um eine bessere Auflösung zu erzielen! → Abstand zw. Probe und Objektiv ist daher sehr klein!

Prinzipiell werden alle Linsenfehler, bis auf den Beugungsfehler, mit abnehmender Apertur kleiner!

Bildentstehung im REM

In einem konventionellen REM werden die Sekundärelektronen (SE) und die Rückstreuelektronen (BSE) zur Bildgewinnung genutzt.

- **Sekundärelektronen - SE**

Sekundärelektronen-Abbildungen liefern die beste Auflösung und durch die Abhängigkeit der SE-Ausbeute vom Neigungswinkel der Probe und dem Kanteneffekt kommt es zum Topographiekontrast in solchen Bildern (Abb.7).

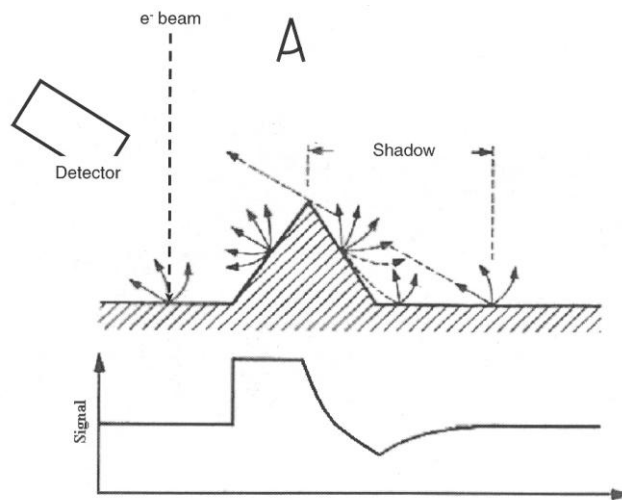


Abb. 7: Topographie- und Flächenneigungskontrast [2]

Aufgrund ihrer relativ geringen Energie werden die SE vom elektrischen Feld des Detektors abgelenkt und können dann detektiert werden. Die positive Saugspannung beschleunigt die SE auf einen Szintillator und der darauf folgende Photomultiplier verstärkt das Signal (Everhart-Thornley Detektor, Abb.8).

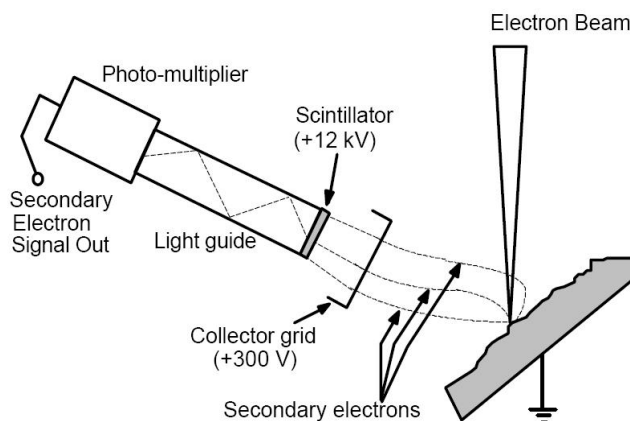


Abb. 8: Everhart Thornley Detektor (ETD)

Wegen ihrer geringen Energie ($< 50 \text{ eV}$) können die SE die Probe nur aus einer sehr geringen Tiefe verlassen (Abb.15). Das ist der Grund für das bessere Auflösungsvermögen bei der Detektion der SE gegenüber den BSE.

- **Rückstreuelektronen - BSE**

Die BSE-Ausbeute ist abhängig von der mittleren Kernladungszahl Z der Probe. Bereiche mit einer höheren mittleren Kernladungszahl erhöhen die Wahrscheinlichkeit einer Rückstreuung. Solche Bereiche erscheinen daher in einem BSE-Bild heller, man spricht vom Materialkontrast. Der Materialkontrast ist für kleinere Z größer als für große Z (Abb. 9).

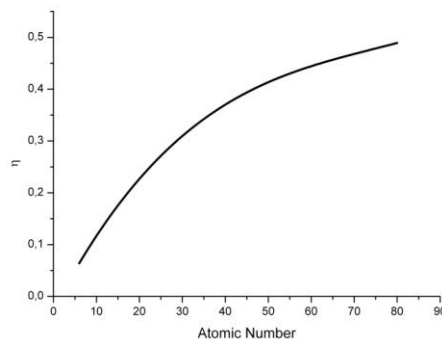


Abb. 9: Rückstreukoeffizient η in Abhängigkeit von der Kernladungszahl Z [2]

Die höher energetischen BSE werden durch den am Ende der Elektronensäule (Polschuh) positionierten Halbleiter- Detektor nachgewiesen. Aufgrund ihrer hohen Energie ist es nicht möglich, sie durch eine Saugspannung abzuziehen. Sie haben deswegen auch geradlinige Trajektorien und es ist notwendig, einen möglichst großen Winkelbereich zu erfassen. Die hochenergetischen BSE erzeugen im Halbleiter eine Vielzahl von Elektron-Loch-Paaren (Si: $3,6 \text{ eV}$ pro Elektron-Loch-Paar). Diese Ladungen werden durch eine angelegte Spannung abgezogen (Abb. 10).

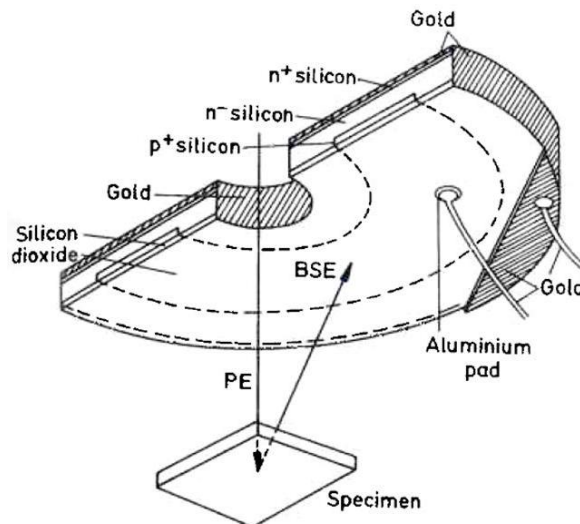


Abb. 10: BSE Halbleiterdetektordiode (PE: Primary Electrons) [2]

Röntgenspektroskopie

Der Beschuss von Festkörpern mit hochenergetischen Elektronen führt zur Ionisierung der Materie. Die leer stehenden Plätze der inneren Schalen werden durch Elektronen der äußeren Schale wieder aufgefüllt und charakteristische Röntgenstrahlung wird emittiert (Abb. 11). Durch Detektion dieser Strahlung ist sowohl die Charakterisierung der Elemente als auch eine quantitative Analyse von Probenbereichen möglich.

Da ein fein fokussierter Elektronenstrahl verwendet wird, ist die röntgenspektroskopische Analyse orts aufgelöst in mikroskopischen Maßstab möglich.

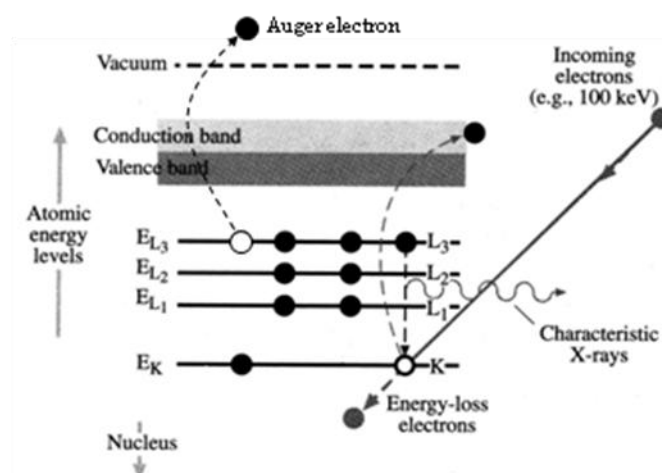


Abb. 11: Entstehung charakteristischer Röntgenstrahlung durch den Beschuss mit Elektronen.

EDX (Energiedispersive Röntgenanalyse)

Das einfallende Röntgenquant erzeugt in einem mit Lithium dotierten Silizium- Kristall (Si(Li)) oder einem hochreinen Germanium- Kristall (HPGe) Ladungsträgerpaare. Die Anzahl dieser Ladungsträgerpaare ist proportional zur Energie der Röntgenstrahlung. Diese entstehenden Signale werden verstärkt und in einem Vielkanalanalysator (MCA) gespeichert, der sie nach Größe sortiert seinen Kanälen zuführt. Der Detektor und der Vorverstärker muss mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden, um das Rauschen zu unterdrücken und um die Diffusion von Lithium im Kristall zu verhindern (im Fall eines Si(Li)- Detektors). Um den Detektor vor Kontamination zu schützen, wird ein Fenster verwendet, das den Detektor räumlich von der Probenkammer trennt (Abb. 12). Dieses Fenster (Be, Al, Kunststoff, Diamant...) limitiert allerdings den Detektor, weil es zur Absorption der Röntgenstrahlung im Fenster kommt. Die Verwendung von Be-Fenstern zum Beispiel verhindert die Detektion von Kohlenstoff ($K_{\alpha} = 0,282 \text{ keV}$), da erst Energien größer 1 keV das Fenster passieren können. Die Energieauflösung solcher EDX-Spektrometer liegt bei ungefähr 100 eV, wobei die Detektion in einem großen Raumwinkel (bis etwa 0,1 sr) erfolgt. Allerdings ist eine Kühlung des ganzen Systems notwendig und die Detektoren haben eine relativ große Totzeit (nach Registrierung eines Photons braucht der Detektor eine gewisse Zeit, um die Daten zu verarbeiten, danach ist er für das nächste Photon bereit).

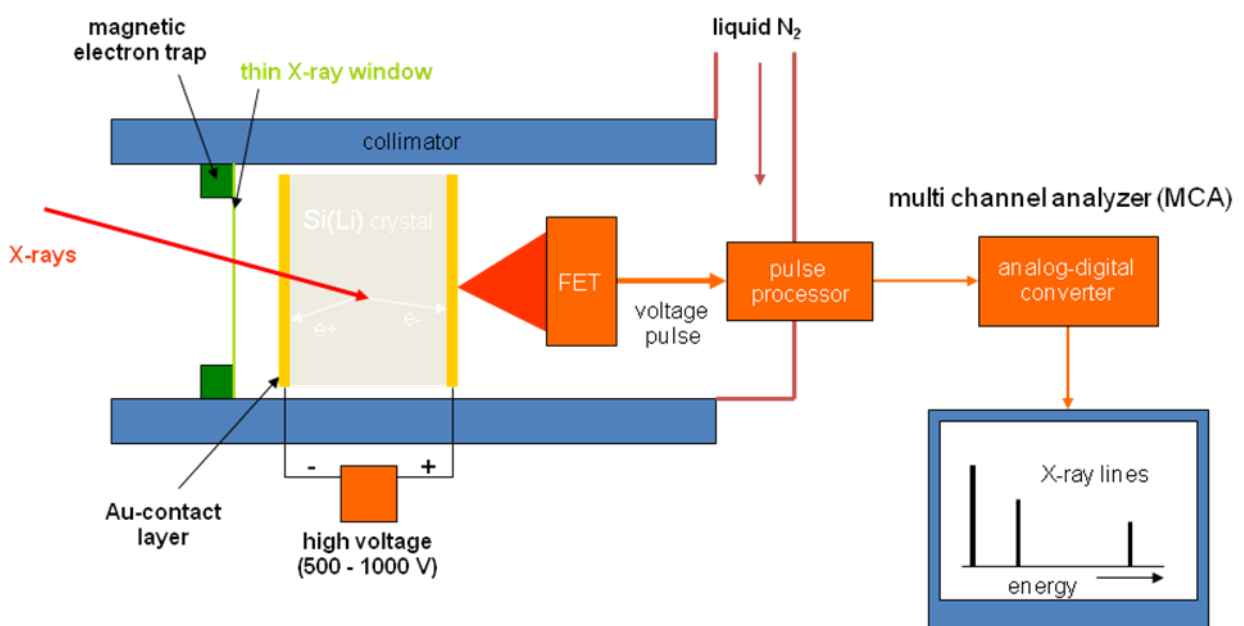


Abb. 12 : Aufbau eines EDX-Systems

Als Ergebnis der Röntgenanalyse erhält man ein Energiespektrum (Abb. 13). Die charakteristischen Linien können den einzelnen Elementen zugeordnet werden.

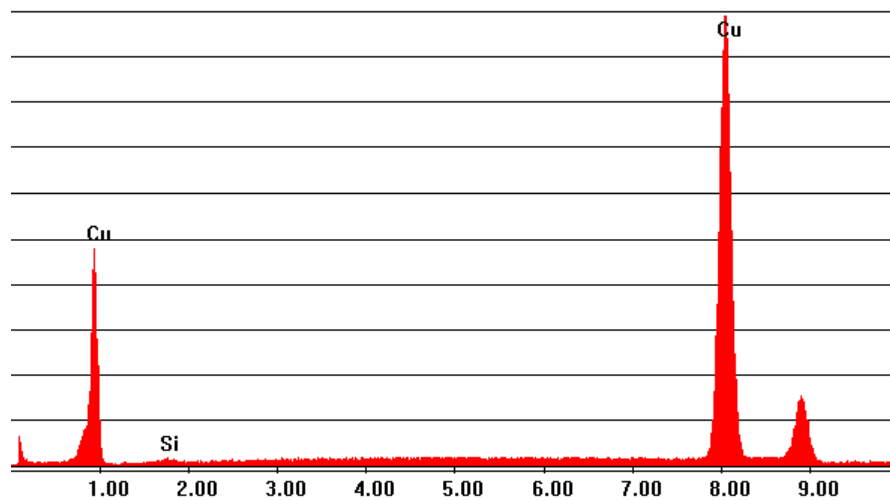


Abb. 13: EDX-Spektrum von Kupfer mit den charakteristischen Linien

Quantitative Röntgenanalyse

Man ist natürlich nicht nur daran interessiert, welche Elemente in der Probe vorkommen (qualitative Analyse), sondern auch in welcher Konzentration diese vorliegen (quantitative Analyse).

In erster Näherung erwartet man, dass die Intensität des Peaks von Element A proportional zur Konzentration von Element A in der Probe ist. Man vergleicht die Intensität von einer Probe mit bekannter Konzentration von Element A (Standard) mit der zu untersuchenden Probe:

$$k = \frac{I_A}{I_{Standard}} \cong \frac{c_A}{c_{Standard}} \quad (8)$$

I_A	Intensität des Peaks der zu untersuchenden Probe
$I_{Standard}$	Intensität des Peaks des Standards
c_A	Konzentration von A in der zu untersuchenden Probe
$c_{Standard}$	Konzentration von A im Standard (bekannt)

Da sich der Standard natürlich von der Probe unterscheidet, sind weitere Korrekturen nötig. Mit der ermittelten Konzentration k können nun Korrekturfaktoren berechnet werden. Unter Einbeziehung dieser Korrekturen wird die Konzentration c_A neu berechnet → iteratives Verfahren.

$$C_A = k \cdot C_{Standard} \cdot k_Z \cdot k_A \cdot k_F \quad (9)$$

 k_Z, k_A, k_F ZAF - Korrekturfaktoren

Hinter den einzelnen Korrekturfaktoren stehen die folgenden physikalischen Zusammenhänge:

1. Die Primärelektronen verlieren durch inelastische Stöße innerhalb der Probe an Energie. Wenn die Energie unterhalb der Ionisierungsenergie (E_{nl}) liegt, können keine weiteren Photonen generiert werden → Abnahme der emittierten Photonen.
2. Erreichen BSE mit einer höheren Energie als die Ionisierungsenergie ($E_B > E_{nl}$) die Oberfläche, nimmt die Anzahl der emittierten Photonen ebenfalls ab. Es könnten mit dieser Energie ja noch weitere Photonen generiert werden, dies ist aber beim Austritt aus der Oberfläche nicht mehr möglich! Diese beiden von der Ordnungszahl abhängigen Effekte werden durch den Faktor k_z berücksichtigt.
3. Im Inneren der Probe generierte Röntgenquanten können auf ihrem Weg zur Probenoberfläche absorbiert werden. Dies wird durch den Faktor k_A berücksichtigt.
4. Röntgenquanten von Element A können Atome von Element B zur Fluoreszenz anregen. Dabei steigt die Intensität an. Dieser Effekt wird berücksichtigt durch den Faktor k_F .

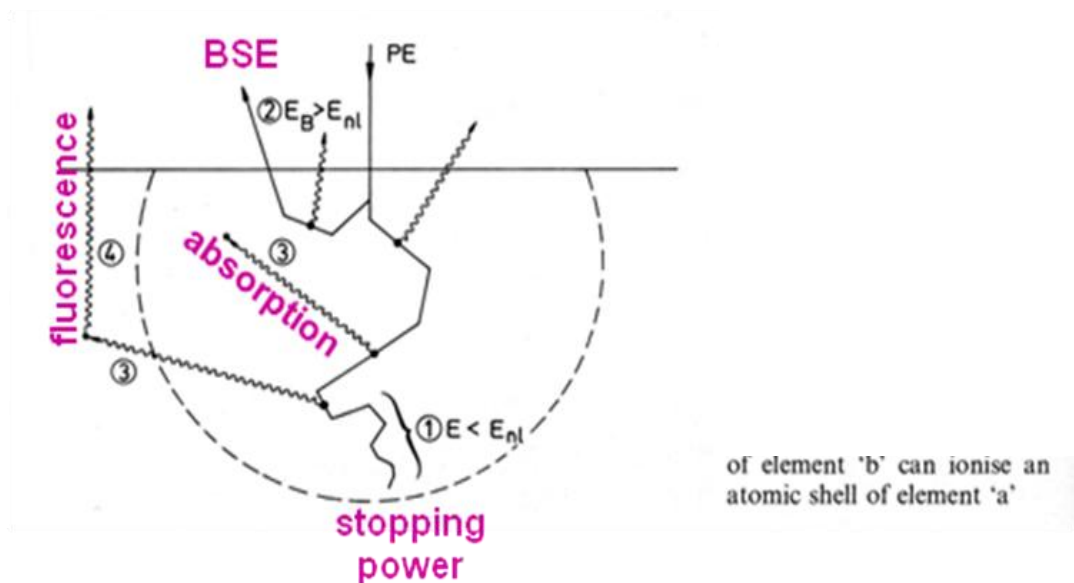


Abb. 14: Effekte, die durch die ZAF Korrektur berücksichtigt werden [2]

Präparation

Elektrisch nichtleitende Proben müssen in einem konventionellen REM mit einer leitfähigen Schicht überzogen werden, um Aufladungen zu vermeiden. Aus diesem Grund werden die Proben entweder mit einer dünnen Schicht Kohlenstoff (20 nm) bedampft oder z.B. mit einer Au/Pd-Schicht besputtert (< 20 nm). Diese Schichten sind dünn genug, um die Oberflächenstruktur der Probe nicht zu verändern, erzeugen allerdings eine durchgehende leitfähige Schicht, die die Untersuchung im REM ermöglicht. C-Bedampfungen werden in erster Linie verwendet, wenn die Probe mittels EDX analysiert werden soll. Bei EDX- Analysen müssen die zusätzlich aufgetragenen Schichten berücksichtigt werden.

Monte-Carlo-Simulationen

Die Wechselwirkungen der Primärelektronen mit der Probe und die daraus resultierenden BSE und Röntgenquanten können mit Programmen wie CASINO[®] oder Electronflightsimulator[®] simuliert werden.

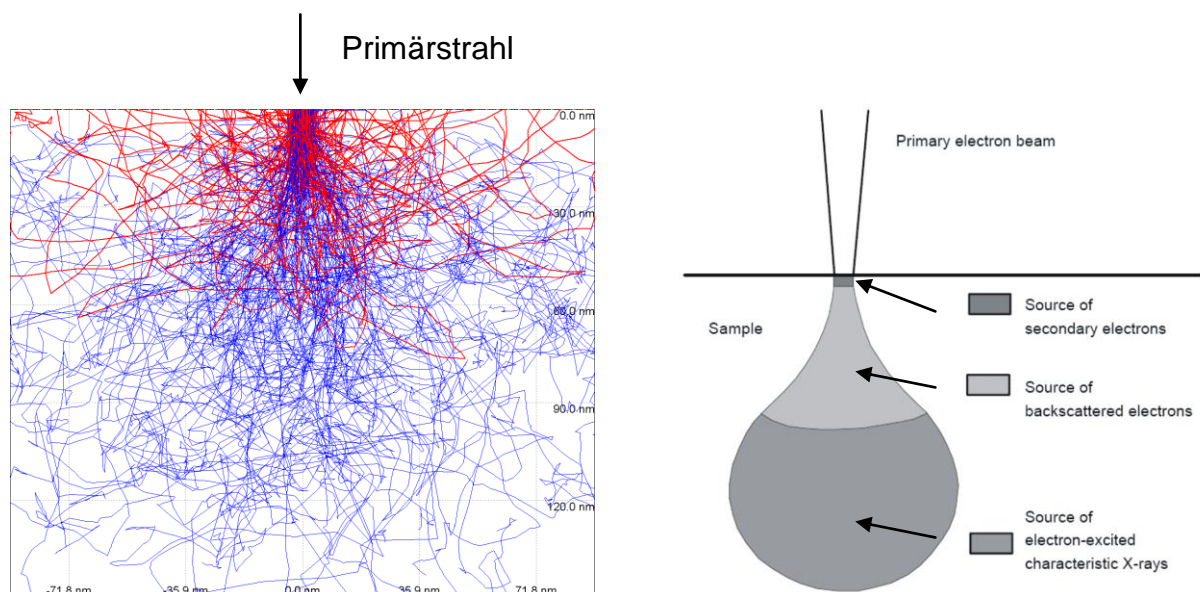


Abb. 15: links: simulierte Elektronen-Trajektorien in Gold; rechts: Austrittsbereiche der einzelnen Elektronen und Photonen (SE, BSE, X-Rays)

In Abb. 15 sind simulierte Trajektorien der Elektronen in Gold bei einer Primärenergie von 10 keV zu sehen. Die blauen Trajektorien stellen jene Elektronen dar, die die Probe nicht verlassen haben. Rot sind die Bahnen der BSE.

Aufgabenstellung:

- **Bedienung eines REM**

Kennenlernen des Computerinterfaces und der Steuerelemente für Hochspannung, Blenden, Bühne, Kontrast, Helligkeit usw...

- **Erste Aufnahmen von REM-Bildern**

Aufnahme von interessanten Proben bei unterschiedlichen Vergrößerungen, Abspeicherung der Bilder. Hierbei sollen die unterschiedlichen Kontrastmöglichkeiten mittels SE und BSE kennengelernt werden.

- **Abbildung bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen**

Aufnahme einer dünnen Probe bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen, Vergleich der Bilder mit den Ergebnissen aus Monte-Carlo-Simulationen, die zur Verfügung gestellt werden.

- **EDX - qualitativ**

Kennenlernen des EDX- Detektors und der Steuersoftware, Aufnahme von Röntgenspektren, Identifizierung von chemischen Elementen

- **EDX - quantitativ**

Aufnahme von EDX-Spektren einer Legierung und Vergleich der Quantifizierung mit Referenzwerten.

Literatur:

- [1] Goldstein J., Newbury D., Joy D., Echlin P., Lyman C., and Lifshin E., Scanning Electron Microscopy and X Ray Microanalysis, 2003.
- [2] Reimer L., Scanning Electron Microscopy, Springer, 1998.
- [3] Phillips Electron Optics Eindhoven. ESEM Tutor. 1996
- [4] Grogger W. Unterlagen zur Vorlesung "Rasterelektronenmikroskopie" LV 519.003
- [5] Stokes D.J. Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)

Anhang (Ist für die Übung nicht vorzubereiten. Bitte nur durchlesen!)

ESEM: Gerät und Methode

In diesem Kapitel soll eine rasterelektronenmikroskopische Technik beschrieben werden, die nicht im Hochvakuum-Bereich arbeitet, sondern andere Vakuum- bzw. Druckbereiche nutzt.

Gemäß [5] wird diese Methode im Englischen auch „Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)“ bezeichnet. Diese eher holprig klingende Bezeichnung versucht der Eigenschaft gerecht zu werden, dass hier in den beiden Vakuum-Bereichen „Low Vacuum-Mode“ (etwa 0,1 bis 1,5 Torr) und „ESEM[®]-Mode“ (etwa 1,5 bis 15 Torr) gearbeitet wird (Die Druckeinheit „Torr“ ist keine SI-Einheit wird aber in der das ESEM betreffenden Literatur häufig verwendet [1][5]). Am Institut für Elektronenmikroskopie der TU Graz sind zwei dieser Geräte im Einsatz, das ESEM Quanta 200 (s.o.) und das ESEM Quanta 600 FEG.

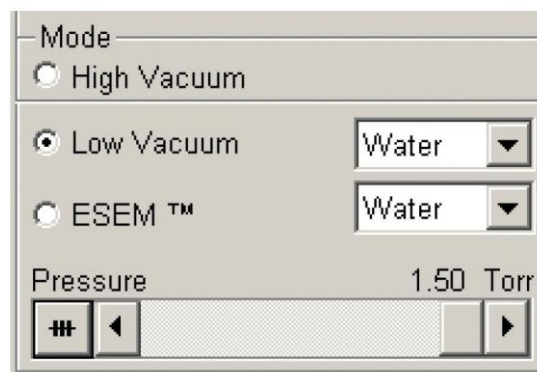


Abb. 16: Detail aus dem Userinterface (UI) des ESEM Quanta 200: Der Vakuumsbereich und das Abbildungsgas können gewählt werden

Die wichtigste Eigenschaft eines ESEM ist die Tatsache, dass sowohl im „Low Vacuum“-Modus als auch im ESEM-Modus elektrisch nicht leitfähige Proben untersucht werden können ohne aufwändige Präparation. Der Grund hierfür sind Ionisationsprozesse an Molekülen des Abbildungsgases (Luft, Wasserdampf, Stickstoff etc.), die zu positiven Ionen führen. Diese kompensieren die negativen Ladungen auf der Probenoberfläche, die vom Elektronenstrahl herrühren. Somit kann

im „Low Vacuum“-Modus z.B. eine biologische Probe oder eine Polymerprobe problemlos abgebildet werden, ohne eine leitfähige Schicht im Rahmen der Präparation aufbringen zu müssen (Dies wird für die konventionelle Rasterelektronenmikroskopie mittels Schichten aus Gold, Palladium, Kohlenstoff etc. gemacht.).

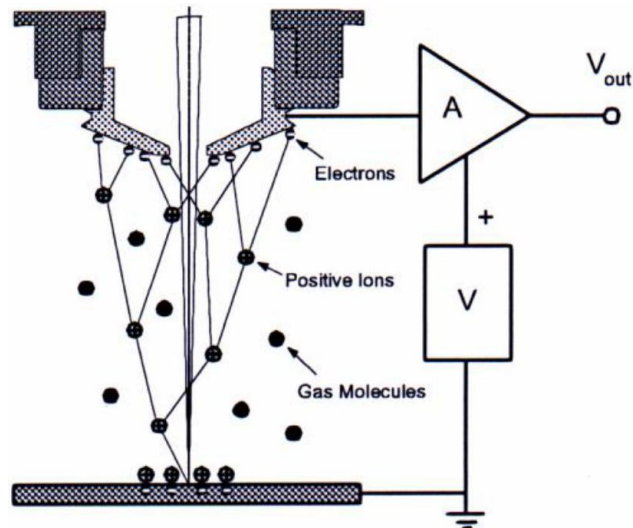


Abb. 17: Die Bildung von positiven Ionen im Abbildungsgas ermöglicht die Abbildung von elektrisch nicht leitfähigen Proben [3]

Der ESEM-Modus bietet darüber hinaus die Möglichkeit, feuchte Proben abzubilden. Dies ist möglich, wenn man die Werte für Druck und Temperatur entsprechend wählt und als Abbildungsgas Wasserdampf verwendet. Die Probenkühlung kann in diesem Fall mit Hilfe eines Peltierkühltesches erfolgen (auch am Institut verfügbar).

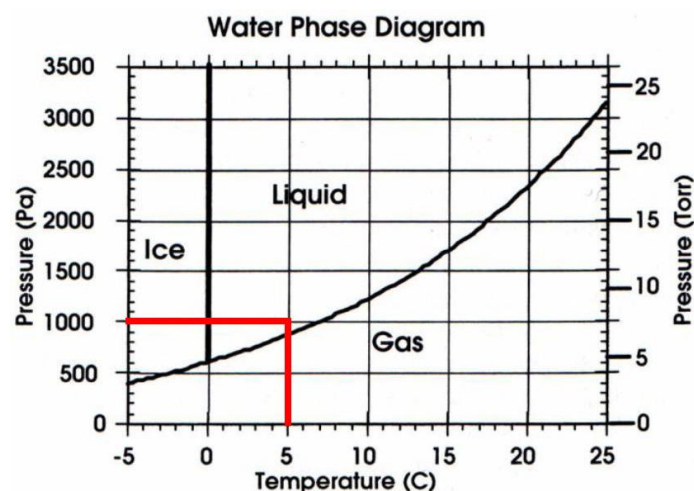


Abb. 18: Phasendiagramm des Wassers. Durch geeignete Wahl der Parameter Druck und Temperatur kann Feuchtigkeit von Proben realisiert und sogar Wasser abgebildet werden [3]

Glossar

Hier finden Sie gewisse englische Fachausdrücke und ihre deutsche Übersetzung. Teilweise sind auch geläufige Abkürzungen angeführt.

SEM: scanning electron microscope	REM: Rasterelektronenmikroskop
SE: secondary electrons	Sekundärelektronen
BSE: backscattered electrons	Rückstreuelektronen
compositional (atomic number) contrast	„Materialkontrast“
specimen, sample	Probe
specimen stage	Probenbühne
flange	Flansch
electron column	Elektronensäule
FEG: field emission gun	Feldemissionskathode
HV: high voltage	Hochspannung
WD: working distance	wird nicht übersetzt
HFW: horizontal field width	Breite des abgerasterten Feldes
Mag: magnification	Vergrößerung
x-rays	Röntgenstrahlen
energy-dispersive x-ray spectrometer	Energiedispersives Röntgenspektrometer
water vapour	Wasserdampf
nitrogen	Stickstoff
oxygen	Sauerstoff
UI: userinterface	Programmoberfläche für Gerätebedienung
Peltier cooling stage	Peltierkühltisch
specimen current	Probenstrom
elastically scattered	elastisch gestreut
PE: primary electrons	Primärelektronen
electron beam	Elektronenstrahl
MCA: multi channel analyzer	Vielkanalanalysator
spherical aberration	Sphärische Aberration
chromatic aberration	Chromatische Aberration
HPGe: High Purity Germanium	Hochreines Germanium
astigmatism	Astigmatismus