



Transmissionselektronenmikroskopie – Eine Einführung für das Praktikum –

1. Einführung

Der Praktikumsversuch "Transmissionselektronenmikroskopie" wird im Institut für komplexe Materialien des IFW Dresden an den analytischen Transmissionselektronenmikroskopen CM20FEG und Tecnai F30 bei Beschleunigungsspannungen von 200 kV bzw. 300 kV durchgeführt.

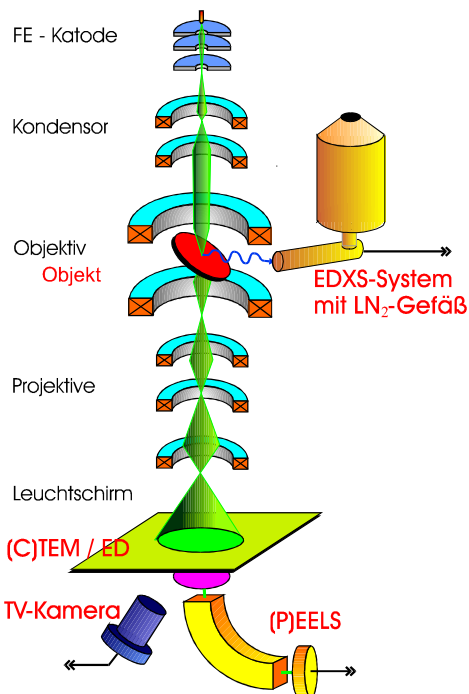


Bild 1: Schema eines analytischen Transmissionselektronenmikroskopes

Das analytische Transmissionselektronenmikroskop kombiniert die konventionelle transmissionselektronenmikroskopische Abbildungstechnik einschließlich der Elektronenbeugung mit Möglichkeiten der Elementanalyse (vgl. Bild 1). Dazu ist das Mikroskop mit Detektoren ausgerüstet, die den Nachweis elementspezifischer Ergebnisse der Wechselwirkung zwischen den Strahlelektronen und dem Untersuchungsobjekt gestatten. Eingesetzt werden Spektrometer für die charakteristische Röntgenstrahlung (EDXS) aus dem Objekt und solche für die Energieverluste (EELS), die die Strahlelektronen beim Durchgang durch das Objekt erleiden.

Ziel des Versuchs ist es, den Praktikanten einen Eindruck von den Möglichkeiten und Problemen der Werkstoffcharakterisierung mittels Transmissionselektronenmikroskopie zu vermitteln. Dazu werden an einem Beispiel die Techniken „konventionelle Abbildung (Conventional Transmission Electron Microscopy - CTEM)“, „Elektronenbeugung (Electron Diffraction - ED)“ und Hochauflösungs-Abbildung (High Resolution TEM – HRTEM)“ demonstriert und geübt.

2. Konventionelle transmissionselektronenmikroskopische Abbildung

Prinzipiell ist das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) wie ein Lichtmikroskop aufgebaut. Motivation für die Entwicklung des Transmissionselektronenmikroskops war die Forderung nach der Verbesserung des **Auflösungsvermögens**. Dieses bestimmt den kleinsten Abstand zweier noch getrennt wahrnehmbarer punktförmiger Objekteinheiten. Das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskops wird begrenzt durch den mit dem Wellencharakter des Lichtes verbundenen Beugungsfehler. Für den Radius des Beugungsfehlerscheibchens gilt:

$$\delta_B = \frac{0,6 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \alpha} .$$

Die numerische Apertur $n \cdot \sin \alpha$ kann maximal einen Wert von ca. 1,4 erreichen, d.h. das Auflösungsvermögen des Lichtmikroskops ist auf etwa die Hälfte der Wellenlänge λ des sichtbaren Lichtes (Größenordnung $0,5 \mu\text{m}$) begrenzt. Die Verbesserung des Auflösungsvermögens erfordert demzufolge die Benutzung kürzerer Wellenlängen, wie dies beispielsweise für Elektronenwellen gegeben ist. Die Elektronen können durch elektrische und magnetische Felder abgelenkt werden; damit ist die Konstruktion von Linsen für Elektronenwellen möglich.

Die Elektronenwellenlänge kann mittels Energiesatz (hier in nichtrelativistischer Näherung)

$$e \cdot U_B = \frac{m}{2} v^2$$

sowie der DE BROGLIE-Beziehung

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

(e : Elementarladung, m : Elektronenmasse, h : PLANCKsches Wirkungsquantum) aus der Beschleunigungsspannung U_B zwischen Katode und Anode im Elektronenstrahler des Mikroskops berechnet werden. Für die in modernen Transmissionselektronenmikroskopen übliche Beschleunigungsspannung von 200 kV folgt daraus $\lambda = 2,7 \cdot 10^{-12} \text{ m} = 0,027 \text{ \AA}$ (relativistisch: $0,025 \text{ \AA}$). Bei einfacher Übertragung der aus der Lichtmikroskopie bekannten Begrenzung folgt daraus ein TEM-Auflösungsvermögen von besser als $0,02 \text{ \AA}$. Tatsächlich erreichen Spitzengeräte derzeit Werte von $1 \dots 2 \text{ \AA}$. Die Ursache für diese Diskrepanz liegt darin, dass bei Glaslinsen die Abbildungsfehler korrigiert werden können; bei den derzeit in kommerziellen Elektronenmikroskopen gebräuchlichen elektromagnetischen Linsen (raumladungsfreie, zeitlich konstante und rotationssymmetrische elektromagnetische Felder) kann jedoch der Öffnungsfehler nicht beseitigt werden. Anstelle eines Bildpunktes entsteht ein Zerstreuungsscheibchen. Für den Radius dieses Öffnungsfehlerscheibchens (auf den Gegenstand bezogen) gilt:

$$\delta_S = C_{\ddot{O}} \cdot \alpha^3$$

mit $C_{\ddot{O}}$ als Öffnungsfehlerkonstante (auch: Konstante der sphärischen Abberation) und α als Apertur (halber Öffnungswinkel des Strahlenbündels). Das Auflösungsvermögen δ des TEM resultiert aus der Überlagerung von Beugungs- und Öffnungsfehlerscheibchen. Wir benutzen dafür vereinfachend die Wurzel aus der Summe aus den Quadraten der beiden Fehlerscheibchen, setzen die Brechzahl in der Objektumgebung $n = 1$ und berücksichtigen die aufgrund des Öffnungsfehlers notwendige Begrenzung der Apertur auf Werte $\alpha \ll 1$:

$$\delta = \sqrt{\delta_B^2 + \delta_S^2} = \sqrt{\left(\frac{0,6 \cdot \lambda}{\alpha}\right)^2 + (C_{\ddot{O}} \cdot \alpha^3)^2} .$$

Wegen der gegenläufigen Abhängigkeit der Fehlerscheibchen von α existiert eine optimale Apertur α_{opt} , bei der δ seinen minimalen Wert annimmt. Die Differentiation ergibt:

$$\frac{d\delta}{d\alpha} = \frac{-2 \cdot \frac{0,36 \cdot \lambda^2}{\alpha^3} + 6 \cdot C_{\ddot{O}}^2 \cdot \alpha^5}{2 \sqrt{\left(\frac{0,6 \cdot \lambda}{\alpha}\right)^2 + (C_{\ddot{O}} \cdot \alpha^3)^2}} .$$

Mit der Extremwertbedingung

$$\frac{d\delta}{d\alpha} \Big|_{\alpha_{opt}} = 0 \quad , \text{ d.h.}$$

$$-2 \cdot \frac{0,36 \cdot \lambda^2}{\alpha_{opt}^3} + 6 \cdot C_{\ddot{O}}^2 \cdot \alpha_{opt}^5 = 0 \quad \text{erh\u00e4lt man}$$

$$\alpha_{opt} = 0,77 \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_{\ddot{O}}}} \quad \text{und} \quad \delta_{min} = 0,9 \sqrt[4]{C_{\ddot{O}} \cdot \lambda^3}$$

Bei 200 kV Beschleunigungsspannung folgt daraus mit $C_{\ddot{O}} = 2 \text{ mm}$:

$$\alpha_{opt} \approx 5 \text{ mrad} \quad \text{und} \quad \delta_{min} \approx 3,8 \text{ \AA} \quad .$$

In der Praxis wird ein Aufl\u00f6sungsverm\u00f6gen von etwa $(1...2) \text{ \AA}$ erreicht, ein Zeichen daf\u00fcr, dass das benutzte Modell wirklich nur eine N\u00e4herung ist.

Dieser Abstand δ_{min} muss durch das Elektronenmikroskop auf das Aufl\u00f6sungsverm\u00f6gen des Detektors (z.B. Auge: $0,1 \text{ mm}$) vergr\u00f6\u00dfert werden. Die dazu notwendige „f\u00f6rderliche Vergr\u00f6\u00dferung“ $V_{f\u00f6rd}$ betr\u00e4gt

$$V_{f\u00f6rd} \approx \frac{0,1 \text{ mm}}{1 \cdot \text{\AA}} = 10^6 \quad .$$

Ein dritter Gesichtspunkt bei der CTEM ist die **Bildkontrastentstehung**. Voraussetzung ist, dass die elektronenmikroskopische Probe f\u00fcr Elektronen transparent ist. Dies erfordert Probendicken unter $0,1 \mu\text{m}$, was nur durch spezielle Pr\u00e4parationsverfahren erreicht werden kann. Diese Objektpr\u00e4paration stellt i.a. den zeitaufwendigsten Schritt der elektronenmikroskopischen Untersuchung dar.

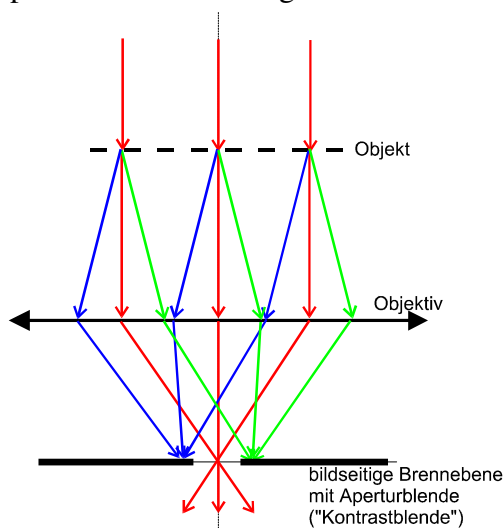


Bild 2: Strahlengang in Objektivn\u00e4he bei Hellfeldabbildung

Beim Passieren des Objektes werden die Elektronen durch die Wechselwirkung mit den Atomen abgelenkt („gestreut“). Der Ablenkwinkel h\u00e4ngt ab von der Kernladungszahl und der Anzahl der passierten Atome („Massendicke“). Durch eine Aperturblende in der bildseitigen Brennebene des Objektivs werden die st\u00e4rker abgelenkten Elektronen aus dem Strahlengang entfernt (vgl. Bild 2). Die f\u00fcr die starke Ablenkung verantwortlichen Objektbereiche erscheinen im elektronenmikroskopischen Bild dunkel. Die Gr\u00f6\u00dfe der Aperturblende bestimmt die St\u00e4rke dieses „Streuabsorptionskontrastes“ (auch als Massendickekontrast bezeichnet); deshalb wird diese Blende auch als Kontrastblende bezeichnet.

Verschiebt man die Blende so, dass nicht der ungestreute Strahl sondern st\u00e4rker gestreute Strahlen sie passieren k\u00f6nnen, so erscheinen alle wenig streuenden Objektbereiche dunkel und die st\u00e4rker streuenden hell („Dunkelfeldabbildung“).

Bei kristallinen Objekten wird die Intensit\u00e4t der Streuung zus\u00e4tzlich von der Orientierung des Kristallgitters zum Elektronenstrahl beeinflusst (vgl. Abschnitt 5. Elektronenbeugung). Berei-

che mit Kristallorientierungen, die die BRAGG-Bedingung erfüllen, streuen besonders stark, diese Bereiche erscheinen im elektronenmikroskopischen Bild dunkel. Wegen der Orientierungsabhängigkeit dieses „*Beugungs*kontrastes“ ändert sich das elektronenmikroskopische Bild bei Kippung des Objektes drastisch. Dies ermöglicht die Unterscheidung von Streuabsorptions- und Beugungskontrast. Häufig sind die Kristallgitter der Untersuchungsobjekte so verspannt, dass sich bei jeder Objektkippung einzelne Kristallbereiche in BRAGG-Lage befinden („Biegekonturen“).

Ein weiterer Kontrast ist nur unter Berücksichtigung des Wellencharakters der Elektronen zu verstehen. Beim Durchgang durch das Objekt erfährt die Elektronenwelle aufgrund des inneren Objektentials eine Phasenschiebung, die bei Verstärkung auf Werte um π und Überlagerung mit der ursprünglichen Welle einen sichtbaren Bildkontrast hervorrufen kann. In der Lichtmikroskopie erfolgt diese Verstärkung durch Phasenplättchen. Auch in der Objektivlinse des Elektronenmikroskops tritt eine Phasenschiebung zwischen achsennahen und -fernen Elektronenbündeln auf, die vom Öffnungsfehler abhängt und die durch die Brennweiteneinstellung beeinflusst werden kann. In der Elektronenmikroskopie ist es deshalb möglich, diesen *Phasenkontrast* durch geeignete Objektivstromeinstellung („Defokussierung“) zu verstärken (vgl. auch Abschnitt HRTEM).

3. Aufbau eines Transmissionselektronenmikroskops

Wie bereits erwähnt, ist das Transmissionselektronenmikroskop im Prinzip wie ein Lichtmikroskop aufgebaut: Die Probe wird durchstrahlt und mit Hilfe des Objektivs wird ein vergrößertes, reelles Zwischenbild erzeugt, welches mit Projektionslinsen weiter vergrößert wird. Die Elektronentransparenz stellt i.A. eine harte Forderung an die elektronenmikroskopische Probenpräparation dar: Die Probe muss dünner als 100 nm sein!

Eine Skizze des schematischen Aufbaus eines TEM ist bereits in Abbildung 1 gezeigt worden. Die Elektronen werden von einer Katode auf negativem Hochspannungspotential (in der Materialforschung typischerweise 200 kV bis 300 kV) emittiert, der daraus gebildete Strahlstrom wird durch eine Elektrode in seiner Stärke eingestellt und zur auf Erdpotential befindlichen Anode hin beschleunigt, wobei ein engster Strahlquerschnitt („cross-over“) geformt wird.

Im einfachsten Fall bildet ein haarnadelförmig gebogener Wolframdraht, der zum Erreichen der thermischen Elektronenemission auf Temperaturen über 2200°C geheizt wird, die Katode. Ein höherer Richtstrahlwert

$$R = \frac{\text{Elektronenstromdichte}}{\text{Raumwinkel, in den Elektronen emittiert werden}} = \frac{j}{\Omega}$$

wird durch den Einsatz einer feinen Spitze aus einem Lanthanhexaborid (LaB_6)-Einkristall als Katode erreicht. Aufgrund der geringeren Austrittsarbeit dieses Materials reichen schon Temperaturen unter 2000°C zur Auslösung der thermischen Emission. Die Steuerelektrode wird im Fall der Wolfram-Haarnadelkatode und der LaB_6 -Katode auch als Wehnelt-Zylinder bezeichnet. Sie arbeitet wie das Gitter einer Trioden-Elektronenröhre. Noch bessere Werte des Richtstrahlwertes werden mit einer Feldemissionskatode erzielt. In den Transmissionselektronenmikroskopen wird vorzugsweise die sogenannte „Schottky-Katode“ benutzt, bei der eine sehr scharfe (Krümmungsradius etwa 1 μm), zirkoniumdotierte Wolframspitze als eigentliche Katode dient. Die Zirkoniumdotierung vermindert die Austrittsarbeit, die scharfe Spitze erzeugt sehr hohe elektrische Feldstärken, die das Tunneln der Elektronen ermöglicht, was als Feldemission bezeichnet wird. In diesem Fall genügt eine Temperatur von 1500°C. Die Steuerelektrode wird in als Extraktor bezeichnet und durch eine weitere Elektrode („Gunnens“) ergänzt. Der hohe Richtstrahlwert erlaubt es, auch bei sehr fein fokussiertem Elektronenstrahl noch eine vergleichsweise hohe Strahlstromstärke zu erreichen (Merkregel: „1 nA

bei 1 nm Strahldurchmesser“). Dies ist insbesondere bei analytischen Verfahren (EDXS und EELS) für ein ausreichendes Signal-Rausch-Verhältnis von Bedeutung. Außerdem weist die Feldemissionskatode aufgrund der geringen Energiebreite der emittierten Elektronen (<1 eV) und der kleinen emittierenden Fläche eine hohe zeitliche und räumliche Kohärenz auf, was Einfluss auf das Informationslimit bei der Hochauflösungsabbildung hat (vgl. Abschnitt HRTEM).

An die Elektronenkanone schließt sich ein zwei- (oder drei-) stufiger Kondensator an, der die Veränderung der Bestrahlungsapertur und damit der Bildhelligkeit gestattet. Im gebräuchlicheren Fall des zweistufigen Kondensators wird mit der ersten Kondensatorlinse die Größe der feinfokussierten Elektronensonde („Spot size“) eingestellt, mit der zweiten Linse die Bildhelligkeit („Intensity“). Damit kann auch eine „parallele Beleuchtung“ eingestellt werden, die besonders bei der Elektronenbeugung im TEM von Bedeutung ist.

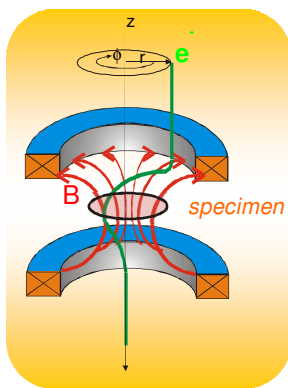


Bild 3: Schematische Darstellung einer magnetischen Elektronenlinse mit Bewegungsgleichungen für die Elektronen

$\vec{F} = -e \cdot \vec{v} \times \vec{B}$ (Lorentzkraft)
mit den Komponenten :

$$F_r = -e \cdot r \cdot \frac{d\phi}{dt} B_z$$

$$F_\phi = e \cdot \frac{dr}{dt} B_z - e \frac{dz}{dt} B_r$$

$$F_z = e \cdot r \cdot \frac{d\phi}{dt} B_r$$

Anders als bei Glaslinsen für Licht gibt es bei den Elektronenlinsen (s. Bild 3) keinen scharfen Übergang zwischen brechendem Medium (bei Licht: Glas) und Umgebung. Die Stärke der Magnetfelder, die für die Ablenkung und Fokussierung der Elektronen sorgen, klingt hyperbolisch mit dem Abstand vom Ursprung ab.

Deshalb ist es im TEM möglich, die Probe inmitten des Magnetfeldes der Objektivlinse zu platzieren, wie das in Bild 1 ange-

deutet ist. Dies hat den Vorteil, dass die Abbildungsfehler klein gehalten werden können, andererseits aber den Nachteil, dass bei magnetischen Proben das Linsenfeld verzerrt und damit die Qualität der Abbildung beeinträchtigt wird.

Für die Fokussierung, d.h. für die Ablenkung der Elektronen zur optischen Achse hin, ist eine Kraft $-F_r$ in radialer Richtung erforderlich. Nach dem Gleichungssystem in Bild 3 entsteht diese Kraft für die in z-Richtung bewegten Elektronen in Kombination mit einer azimuthal gerichteten Kraft F_ϕ unter Vermittlung der Komponenten B_r und B_z der magnetischen Induktion. Dies hat zwei Konsequenzen:

1. Das Magnetfeld muss sowohl eine Komponente in Richtung der optischen Achse als auch in radialer Richtung haben, d.h. es muss möglichst stark und inhomogen sein.
2. Die Elektronen bewegen sich auf Schraubenbahnen durch die Linse, d.h. das Bild wird gedreht.

Dem Objektiv folgen weitere Zwischen- und Projektivlinsen, die es gestatten, die zur Nutzung des guten Auflösungsvermögens eines TEM erforderliche Gesamtvergrößerung zu erreichen. Sie ermöglichen es gleichfalls, verschiedene Ebenen auf dem Endbildschirm abzubilden. Der Bildschirm ist ein mit Leuchtstoff bedecktes Blech; der Leuchtstoff fluoresziert, wenn Elektronen auf ihn einfallen. In der Regel ist es bei modernen Geräten möglich, das Bild auch durch eine Kamera aufzunehmen und in einen Computer zu übertragen, der den Operator auch bei der Bedienung des TEM unterstützt.

Schließlich sind noch einige Dinge zu erwähnen, die für das Verständnis der Funktionsweise eines TEM keine Bedeutung haben, aber Voraussetzung für den Betrieb sind:

1. In dem Kanal, in dem sich die Elektronen bewegen, muss Vakuum herrschen. Ansonsten würde die Katode zerstört, die Elektronen würden an Gasmolekülen gestreut, die Probe würde verunreinigt.
2. Die Elektronik des Mikroskops muss sehr stabil sein, um stabile Linsenfelder zu erhalten.
3. Die Umgebung des Mikroskops muss frei von magnetischen Wechselfeldern, mechanischen Erschütterungen und akustischen Signalen sein, die Temperaturen in den Linsenspulen und im Mikroskopraum müssen konstant sein, damit das Objekt nicht wackelt oder sich bewegt. Bei einmillionenfacher Vergrößerung bedeutet ein Wackeln mit einer Amplitude von nur einem Nanometer ein Bildwackeln von 1 mm, d.h. völlige Unschärfe!
4. Das Vakuum in unmittelbarer Probenumgebung muss frei von Kohlenwasserstoffen sein, um Kohlenwasserstoffkontamination während der Bestrahlung mit Elektronen zu vermeiden (Benutzung einer „Objektraumkühlung“).
5. Das Mikroskop muss mit einer Bleiabschirmung versehen sein, um zu verhindern, dass harte Röntgenstrahlung austritt.

4. Justage eines Transmissionselektronenmikroskops

In Abschnitt 2 war eine optimale Apertur, d.h. ein Öffnungswinkel des Elektronenstrahlenbündels von lediglich 5 mrad berechnet worden. Derart feine Bündel werden durch kleine Blenden im Strahlengang erreicht, die zusammen mit den magnetischen Linsen sehr genau zentriert sein müssen, wobei die Justage durch Kippen und Verschieben des Elektronenstrahls und durch mechanisches Verschieben der Blenden erfolgt. Wegen der guten Stabilität moderner Transmissionselektronenmikroskope ist eine komplette und zeitaufwändige Justage nur nach Änderungen und Demontagen der Mikroskopsäule notwendig. Es ist jedoch empfehlenswert, zu Beginn der elektronenmikroskopischen Untersuchung einige Merkmale der Gerätejustage zu überprüfen. Dies erfolgt in fünf Schritten, wobei die Einstellung der euzentrischen Höhe nach jedem Probenwechsel notwendig ist.

a) Justage der Blende im 2. Kondensator („C2-Blende“):

Die bei Schritt b) genannten Kriterien zur Justage der Elektronenkanone gelten nur bei ordnungsgemäß zentrierter C2-Blende. Vergrößerung etwa 5.000 einstellen, Elektronenstrahl mit Kondensator 2 zu einem Spot fokussieren und diesen mit „Beam Shift“ in die Leuchtschirmmitte schieben. Brennweite der Kondensator-2-Linse variieren, C2-Blende mechanisch so justieren, dass sich der Blendenschatten im Bild konzentrisch zur Leuchtschirmmitte öffnet und schließt (vgl. Bild 4).

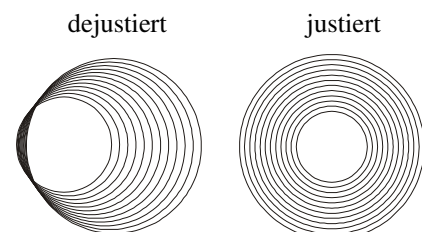


Bild 4: Schatten der C2-Blende bei Änderung der Kondensator-2-Brennweite

b) Justage der Elektronenkanone:

Ziel ist es, ein möglichst helles und gleichmäßig ausgeleuchtetes Bild zu erhalten. Durch Ablenkelemente lässt sich der Elektronenstrahl so „biegen“, dass das Ergebnis das Gleiche ist wie wenn die Elektronenkanone verschoben und gekippt worden wäre. Zunächst wird bei einer Vergrößerung von etwa 5.000 der Elektronenstrahl mit Kondensator 2 zu einem Spot fokussiert, anschließend die Helligkeit in diesem Spot mit „Gun Tilt“ auf das Maximum eingestellt. Dazu muss die angezeigte Belichtungszeit ein Minimum erreichen. Nun wird eine Vergrößerung von etwa 100.000 gewählt und die Brennweite des Kondensators 2 so eingestellt, dass ein kreisrunder Fleck mit einem hellen Spot im Inneren zu sehen ist (vgl. Bild 5). Evtl. ist dazu eine Korrektur des Kondensorastigmatismus notwendig. Mit „Gun Shift“ wird dieser helle Spot in die Mitte des Kreises geschoben. Sollte die Figur stark auswandern, so kann sie mit „Beam Shift“ wieder in die Leuchtschirmmitte zurückgeholt werden.

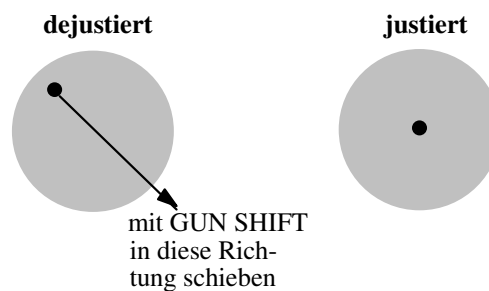


Bild 5: Erläuterung der Funktion „Gun Shift“

c) Einstellen der euzentrischen Höhe:

Bei der optischen Abbildung ist das Bild genau dann scharfgestellt, wenn die Abbildungsgleichung

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{a} + \frac{1}{b}$$

(f : Brennweite, a : Gegenstandsweite, b : Bildweite) erfüllt ist. Dazu gibt es offensichtlich drei verschiedene Möglichkeiten: Gegenstandsweite wird Brenn- und Bildweite angepasst (Beispiel: Lichtmikroskop), Bildweite wird Brenn- und Gegenstandsweite angepasst (Fotoapparat) oder Brennweite wird Gegenstands- und Bildweite angepasst (Auge). Der Vorteil der letzten Methode bzgl. eines TEM ist, dass die Brennweite der magnetischen Linsen einfach und mit sehr guter Genauigkeit durch Änderung des Linsenstromes eingestellt werden kann. Leider ändert sich bei Brennweitenänderung auch der Abbildungsmaßstab und bei Kombination mehrerer Linsen müssen alle Brennweiten angepasst werden. Deshalb wird beim TEM eine Grobeinstellung mit einer Anpassung der Gegenstandsweite vorgenommen, die Feinfokussierung erfolgt dann durch Veränderung der Objektivbrennweite.

Zur Beurteilung der Grobeinstellung („euzentrische Höhe“) sind zwei Kriterien möglich:

1. Benutzen einer Bezugsbrennweite. Diese wird eingestellt („euzentrischer Fokus“) und dann bei geringer Vergrößerung (i.A. < 10.000) das Bild durch Verschieben des Objektes entlang der optischen Achse („z-Höhe“) scharfgestellt.
2. Wobbeln der Winkeleinstellung des Goniometers.

Beim Wobbeln bewegt sich das Bild der Probe systematisch hin und her, wenn sich die Probe nicht in der gleichen Höhe wie die Goniometerachse befindet. Die Goniometerachse stellt die Bezugshöhe dar. Das Objekt wird während des Wobbelns so entlang der z-Achse verschoben, dass das Bild nicht mehr auswandert.

d) Einstellen der Kippunkte:

Im Abschnitt 2 wurde erläutert, dass zum Übergang von der Hell- zur Dunkelfeldabbildung die Kontrastblende verschoben wird. Diese Methode hat zwei Nachteile: Zum einen werden achsenfernere Strahlen zur Abbildung benutzt, zum anderen ist der Winkelbereich der zum

Bild beitragenden Elektronen durch den Durchmesser der Kontrastblende vorgegeben. Besser ist es, den Elektronenstrahl oberhalb der Probe zu kippen und die Kontrastblende im Zentrum zu belassen. Dies ermöglicht die Nutzung achsennaher Strahlen und die Führung des Strahls auf einem Kegelmantel, so dass unabhängig vom Azimut alle Strahlen, die in einen durch den Öffnungswinkel des Kegelmantels und dem Kontrastblendendurchmesser einstellbaren Winkelbereich gestreut werden, zum Bild beitragen („Conical Darkfield“). Voraussetzung ist, dass der Kippunkt („Pivot Point“) des Elektronenstrahls genau in der Objektebene liegt. Zu dessen Justage wird das Bild des Objektes scharfgestellt und anschließend die Bewegung des gewobbelten Strahls minimiert (vgl. Bild 6).

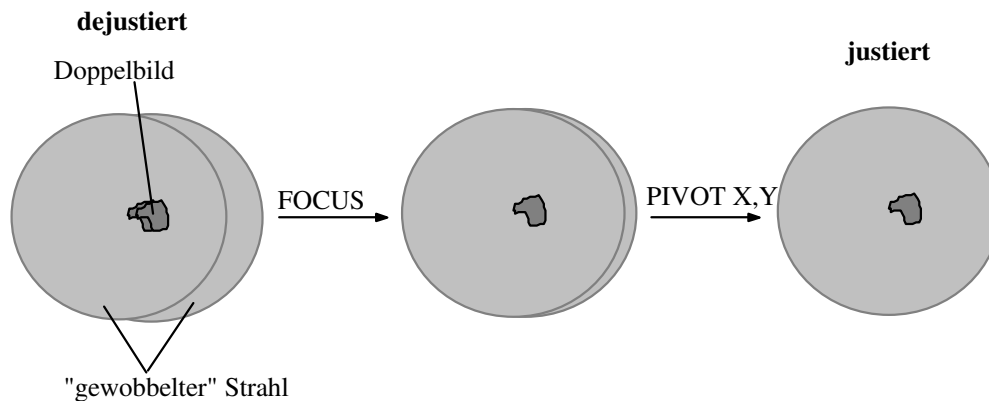


Bild 6: Vorgehensweise bei der Einstellung der Höhe des Kipppunktes

e) Justage des Rotationszentrums:

Die Objektivlinse hat den stärksten Einfluß auf die Abbildungsqualität. Deshalb ist es wichtig, dass das Elektronenbündel symmetrisch zur optischen Achse des Objektivs verläuft. Um dies festzustellen und evtl. Abweichungen zu korrigieren, wird die Brennweite des Objektivs periodisch verändert („gewobbelt“). Vorher wird eine markante Bildeinzelheit ausgewählt (z.B. eine Spitze wie in Bild 7 dargestellt), die während des Wobbelns der Brennweite unscharf wird und sich vergrößert bzw. verkleinert. Das Zentrum dieses „atmenden“ Bildes sollte nicht auswandern. Der Name „Rotationszentrum“ rührt von der mit der Brennweitenänderung verbundenen Bilddrehung bei magnetischen Linsen her.

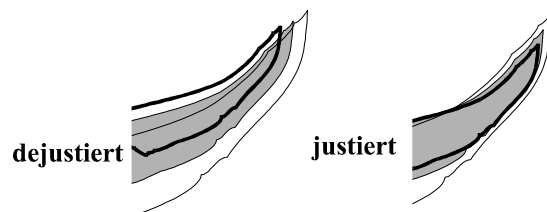


Bild 7: Justage des Rotationszentrums

5. Elektronenbeugung

In der analytischen Transmissionselektronenmikroskopie sind Elektronenbeugung bzw. -streuung wichtige Verfahren zur Charakterisierung von Werkstoffphasen, insbesondere bei dünnen Schichten. Die Beugungsbilder sind Interferenzmuster von Elektronenwellen, die die (periodische) Anordnung von Atomen oder Atomgruppen im Kristallgitter widerspiegeln. Voraussetzung für auswertbare Bilder sind kristalline Objekte. Die Resultate solcher Beugungsexperimente können sehr unterschiedlich sein. Das beobachtete Beugungsmuster hängt ab von der kristallografischen Phase, der Anzahl der zum Beugungsmuster beitragenden Kristallite, der Orientierung der Kristallgitter zum Elektronenstrahl und den Kondensoreinstellungen („Beleuchtungsbedingungen“) im Elektronenmikroskop.

Bei der Elektronenbeugung werden Zwischen- und Projektivlinsen des Mikroskops derart erregt, dass das in der bildseitigen Brennebene des Objektivs entstehende Beugungsmuster auf dem Leuchtschirm bzw. auf einer darunter liegenden Fotoplatte oder Kamera abgebildet wird (vgl. Bild 1). Das einfache Umschalten zwischen „Abbildung“ und „Beugung“ ermöglicht es, morphologische und strukturelle Materialmerkmale einander zuzuordnen.

Hinsichtlich der Kondensoreinstellungen sind zwei Fälle zu unterscheiden: Die Beleuchtung mit parallelem Elektronenstrahl und die mit konvergentem Strahl, die die Feinfokussierung der Elektronen auf dem Objekt ermöglicht.

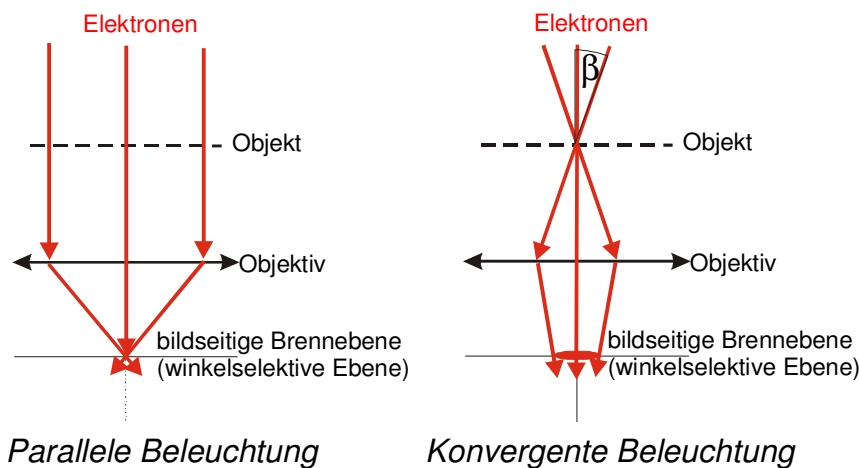


Bild 8: Feinbereichs- und Feinstrahlbeugung

Die bildseitige Brennebene des Objektivs ist eine winkelselektive Ebene. Aus Bild 8 ist ersichtlich, dass in dieser Ebene nur bei paralleler Beleuchtung ein scharfer Punkt entsteht, bei konvergenter Beleuchtung wird ein Scheibchen sichtbar, dessen Größe vom Konvergenzwinkel β abhängt.

Der Probenbereich, aus dem die Beugungsinformation stammt, wird im Falle der parallelen Beleuchtung durch eine Gesichtsfeldblende, die sich in Höhe des reellen Zwischenbildes befindet („Selected Area Aperture“), ausgewählt („Feinbereichsbeugung“ oder „Selected Area Electron Diffraction – SAED“). Der ausgewählte Bereich kann in diesem Fall nicht kleiner als ca. $0,1 \mu\text{m}$ sein. Bei konvergenter Beleuchtung wird der fokussierte Elektronenstrahl auf die interessierende Probenstelle gerichtet. In diesem Fall können Beugungsbereiche $< 5 \text{ nm}$ ausgewählt werden („Feinstrahlbeugung“ oder „Mikrobeugung“ oder „Nanobeugung“ oder „Nanobeam Diffraction“).

Bei konvergenter Beleuchtung existiert eine Vielzahl unterschiedlicher Orientierungen zwischen dem Kristallgitter und der Bewegungsrichtung der Elektronen. Das Kristallgitter kann sich also eine geeignete Elektroneneinfallrichtung „heraussuchen“, die die Bedingung für verstärkende Interferenz erfüllt (BRAGG'sches Gesetz). In diesem Fall entstehen bänderartige Beugungsmuster („KIKUCHI-Bänder“), bei „hochindizierten“ Einfallrichtungen auch Linien höherer Lauezonen, sogenannte „HOLZ-Linien“.

Wir wollen uns bei der weiteren Erläuterung auf die Feinbereichsbeugung mit paralleler Beleuchtung konzentrieren. Das Beugungsmuster wird in diesem Fall im Wesentlichen von zwei Dingen beeinflusst:

1. Dem Verhältnis aus der Größe des im Beugungsbild erfaßten Probenbereiches und der Kristallitgröße, d.h. der Anzahl z der zum Beugungsbild beitragenden Kristallite. Ist diese Zahl groß ($z \gg 10$) und sind alle Kristallorientierungen statistisch gleichverteilt, so entstehen Ringdiagramme mit in sich geschlossenen Ringen. Die Ringe sind umso schärfer, je größer die einzelnen Kristallite sind. Bei Verringerung von z sind die Ringe nicht mehr geschlossen und lösen sich teilweise in Einzelreflexe auf. Ist $z = 1$, so entsteht ein Punktdiagramm. Liegt z zwischen 1 und 10, so ist mit mehreren überlagerten Punktdiagrammen zu rechnen, was die Auswertung erschweren kann.

2. Der kristallografischen Struktur des Objektes, die in Form einer Elementarzelle charakterisiert wird. Die Aneinanderreihung der Elementarzellen ergibt das vollständige Kristallgitter. Bei Punktdiagrammen wird die Anordnung der Beugungsreflexe zusätzlich durch die Elektroneneinfallrichtung bezüglich der Achsen der Elementarzelle bestimmt.

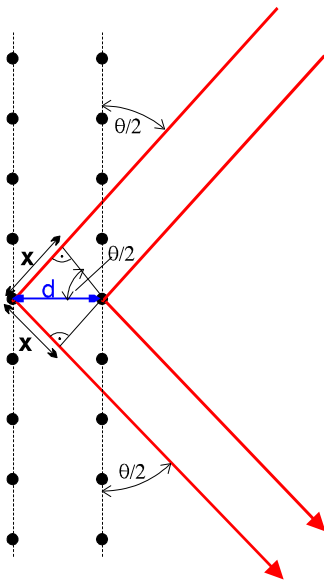


Bild 9: Skizze zur Herleitung der BRAGG-Gleichung¹

Für Interferenzmaxima bei der Überlagerung von Wellen gilt, dass der Gangunterschied Δs zwischen den Wellen ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge λ sein muss:

$$\Delta s = n \cdot \lambda \quad (n = 0, 1, 2, 3, \dots).$$

Denkt man sich die Atome im Kristallgitter in einzelnen Ebenen („Netzebenen“) angeordnet und betrachtet man diese Ebenen als halbdurchlässige Spiegel, so kann man sich die Beugungsmaxima als Überlagerung der teilweise an den Netzebenen reflektierten Elektronenwellen mit dem Gangunterschied $n\lambda$ vorstellen (vgl. Bild 9). Der Gangunterschied $\Delta s = 2x$ hängt vom Winkel $\theta/2$ zwischen der Ausbreitungsrichtung der Elektronenwelle und der „reflektierenden“ Netzebenenchar mit dem Netzebenenabstand d ab:

$$\Delta s = 2 \cdot x = 2 \cdot d \cdot \sin \frac{\theta}{2}$$

Mit der Bedingung für Interferenzmaxima und unter der Voraussetzung, dass der Winkel $\theta \ll 1$ ist, folgt daraus die BRAGG'sche Gleichung

$$d \cdot \theta = n \cdot \lambda$$

für die Elektronenbeugung.

Mit r als Beugungsreflexabstand vom Ursprung und L als Kameralänge gilt für den Winkel θ (vgl. Bild 10):

$$\tan \theta = \left(\frac{r}{L} \right) \approx \theta$$

und damit als „Grundgleichung“ für das erste Beugungsmaximum ($n = 1$) bei der Elektronenbeugung

$$d \cdot r = \lambda \cdot L \quad .$$

Daraus folgt die Bedeutung der „Gerätekonstante“ λL bei der Identifizierung von Beugungsmustern. Ihre Kenntnis ist wesentlich für die Ermittlung der zu einem ausgewählten Beugungsreflex gehörenden Netzebenenabstände. Prinzipiell besteht die Möglichkeit, die Kameralänge L mit der DE BROGLIE-Elektronenwellenlänge zu multiplizieren. Da die

Kameralänge mit Hilfe der Zwischenlinsen verändert werden kann, ist es jedoch besser, die Gerätekonstante λL anhand des Ringdiagramms einer bekannten Substanz zu messen.

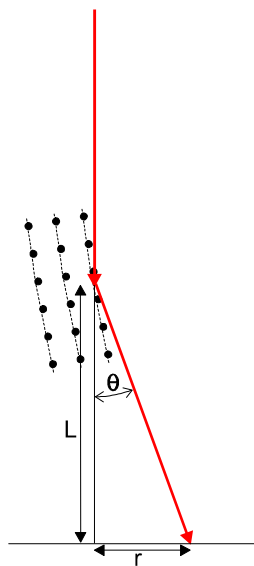


Bild 10: Erläuterung des Begriffs „Kameralänge“ L

¹ In der Röntgenbeugung wird der hier mit $\theta/2$ bezeichnete Einfallswinkel häufig mit θ bezeichnet, so dass in der BRAGG-Gleichung für die Röntgenbeugung die Beziehung $\dots \sin \theta$ anstelle von $\dots \sin \theta/2$ auftaucht.

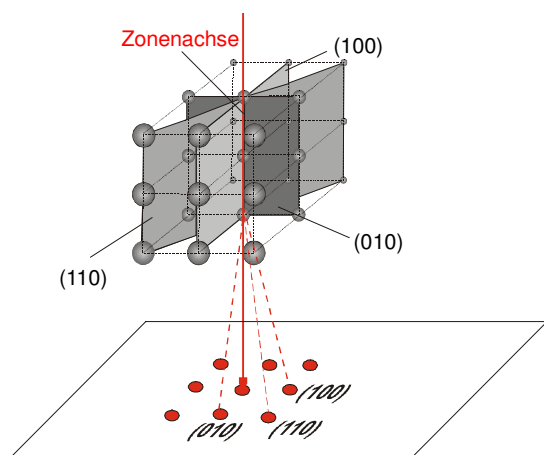


Bild 11: Zur Indizierung von Punktdiagrammen

einfallrichtung überein. Die Indizierung der Beugungsreflexe entspricht den MILLERschen Indizes der korrespondierenden Netzebenenschar und deren ganzzahligen Vielfachen (vgl. Bild 11).

Für die Berechnung von Punktdiagrammen hat sich die Einführung des *reziproken Gitters* als zweckmäßig erwiesen. Um diese Zweckmäßigkeit zu verstehen, formen wir die BRAGG-Gleichung um: Zunächst werden die Ausbreitungsrichtungen der einfallenden und der reflektierten Welle in Bild 9 durch die Wellenzahlvektoren \mathbf{k}_0 und \mathbf{k} beschrieben (vgl. Bild 12).

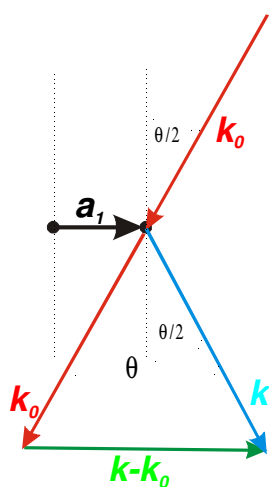


Bild 12: Zur Ableitung der LAUE-Gleichungen

Unter der gegebenen Voraussetzung $\theta \ll 1$ folgt aus Bild 12 und der BRAGG-Gleichung:

$$|\mathbf{k} - \mathbf{k}_0| = \theta \cdot |\mathbf{k}| = \frac{n \cdot \lambda}{d} |\mathbf{k}|.$$

Für die Beträge der Wellenzahlvektoren gilt (elastische Streuung):

$$|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}_0| = \frac{1}{\lambda} \quad \text{und damit} \quad d \cdot |\mathbf{k} - \mathbf{k}_0| = n.$$

Nach Ersetzen von d durch a_1 und n durch die ganze Zahl h sowie Berücksichtigung von $\mathbf{a}_1 \parallel (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)$ folgt daraus:

$$\mathbf{a}_1 \cdot (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) = h.$$

Analog folgt für die beiden anderen Raumrichtungen \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 im dreidimensionalen Gitter:

$$\mathbf{a}_2 \cdot (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) = k$$

$$\mathbf{a}_3 \cdot (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) = l$$

Diese drei Gleichungen werden als LAUE-Gleichungen bezeichnet. Um das Beugungsbild zu konstruieren, wird nun das reziproke Gitter mit den Basisvektoren \mathbf{b}_1 , \mathbf{b}_2 und \mathbf{b}_3 nach der Definition

$$\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{b}_j = \begin{cases} 1 & \text{wenn } i = j \\ 0 & \text{wenn } i \neq j \end{cases} \quad (i, j = 1, 2, 3)$$

eingeführt. Damit gilt:

$$a_1 \cdot (h \cdot b_1 + k \cdot b_2 + l \cdot b_3) = h$$

$$a_2 \cdot (h \cdot b_1 + k \cdot b_2 + l \cdot b_3) = k$$

$$a_3 \cdot (h \cdot b_1 + k \cdot b_2 + l \cdot b_3) = l$$

und nach Vergleich mit den LAUE-Gleichungen

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = h \cdot \mathbf{b}_1 + k \cdot \mathbf{b}_2 + l \cdot \mathbf{b}_3$$

d.h. der Vektor $\mathbf{k} - \mathbf{k}_0$ ist ein Vektor des reziproken Gitters. Diese Überlegung führt zur EWALDschen Konstruktion:

Man verschiebe den Vektor k_0 mit der Länge $1/\lambda$ so, dass seine Spitze auf einen reziproken Gitterpunkt zeigt. Berührt die um das Ende von k_0 mit dem Radius $1/\lambda$ geschlagene Kugelschale einen reziproken Gitterpunkt, so liegt im Beugungsbild an dieser Stelle ein Maximum.

Im reziproken Gitter repräsentiert jeder Punkt eine Netzebenenschar. Der Vektor vom Ursprung zum reziproken Gitterpunkt steht senkrecht auf der korrespondierenden Netzebenenschar, seine Länge ist reziprok zum Abstand der einzelnen Netzebenen in der Schar. Unter Zuhilfenahme des Modells reziprokes Gitter läßt sich das Elektronenbeugungs-Punktogramm mit Hilfe der EWALDschen Konstruktion erstellen.

6. Hochauflösungs-Transmissionselektronenmikroskopie

(„HRTEM“, d.i. *High Resolution Transmission Electron Microscopy*)

HRTEM erscheint zunächst sehr einfach: Benötigt werden „lediglich“ ein TEM mit einer guten Auflösung und eine geeignete, elektronentransparente Probe sowie etwas Geschick beim Einstellen einer „niedrigindizierten“ Zonenache. Damit kann die Anordnung der Atome im Kristallgitter sichtbar gemacht werden (vgl. Bild 13):

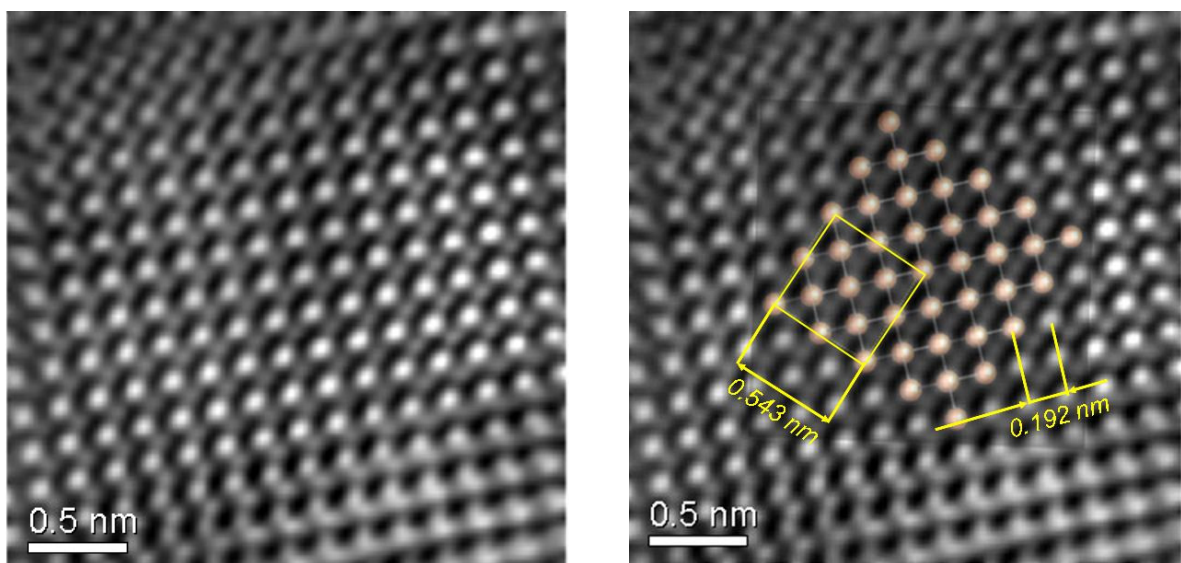


Bild 13: HRTEM-Bild von Si, Zonenachse [100], rechts mit überlagerter Si-Elementarzelle in [100]-Projektion

Allerdings sind bereits in Bild 13 einige Probleme erkennbar: Die erwartete regelmäßige Atomanordnung ist nur in der Bildmitte zu sehen. Oben links und unten rechts sind andere Kontraste sichtbar. Möglicherweise sind geringe Orientierungsabweichungen durch Verbiegung des Kristallgitters dafür verantwortlich. Wir wollen aber auf andere Einflussfaktoren auf die HRTEM-Abbildung aufmerksam machen und betrachten dazu Bild 14.

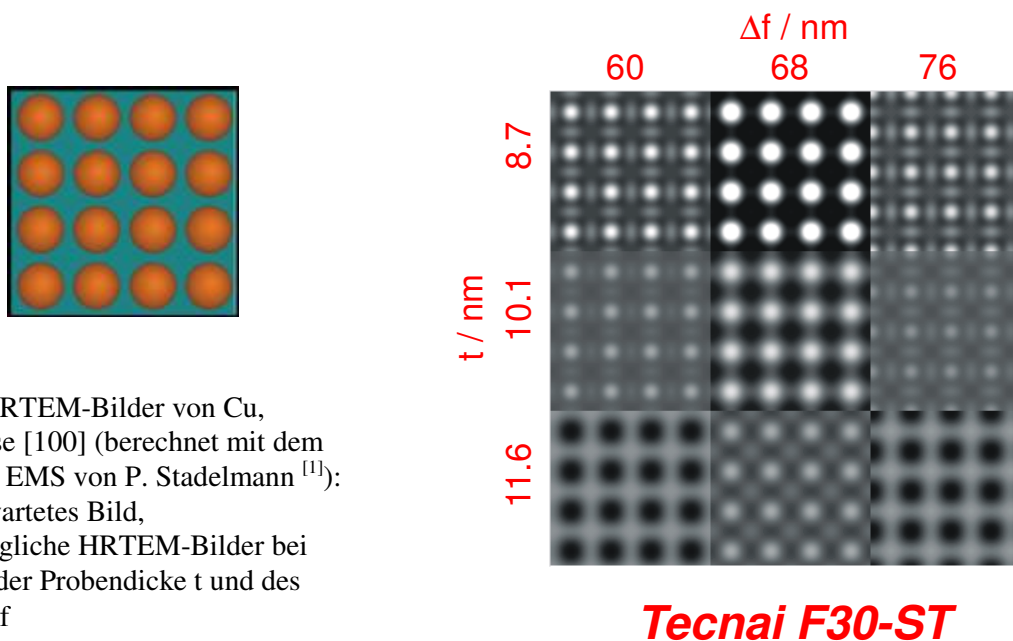


Bild 14: HRTEM-Bilder von Cu, Zonenachse [100] (berechnet mit dem Programm EMS von P. Stadelmann^[1]): Links: erwartetes Bild, rechts: mögliche HRTEM-Bilder bei Variation der Probendicke t und des Defokus Δf

Wir erkennen, dass Probendicke und Defokus einen dramatischen Einfluss auf das HRTEM-Bild haben. Ähnlich frustrierend fällt die Betrachtung eines HRTEM-Bildes von einer amorphen Probe aus (s. Bild 15): Angenommen, in der (ideal) amorphen Folie träten alle Atomabstände mit gleicher Wahrscheinlichkeit auf, so wäre ein gleichmäßig graues Bild zu erwarten. In Wirklichkeit erhalten wir eine granuläre Struktur, deren Körnigkeit von der Fokussierung abhängt.

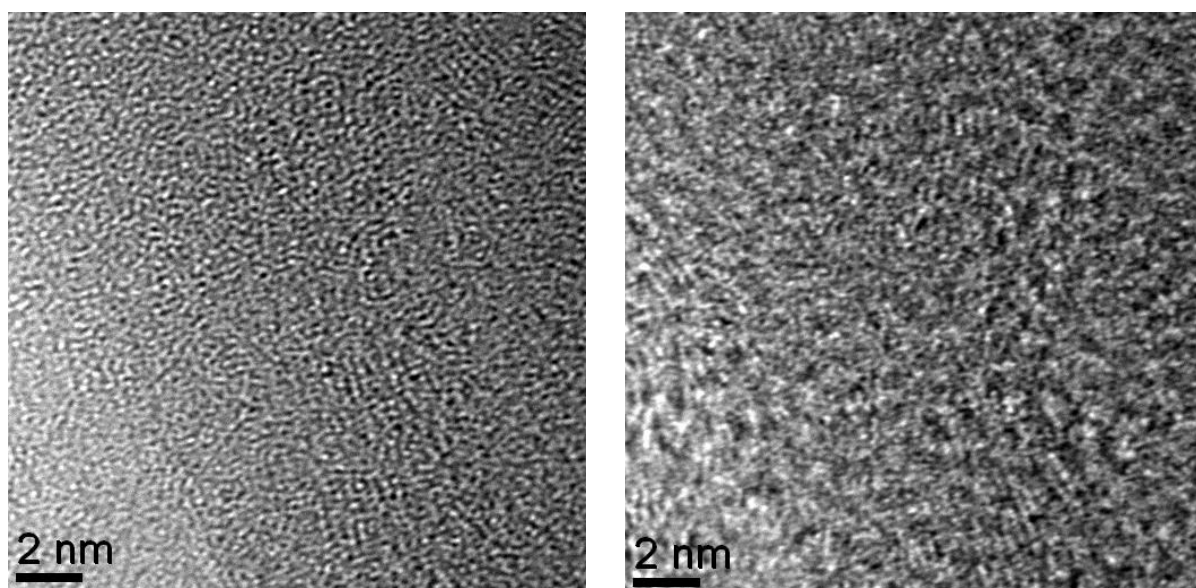


Bild 15: HRTEM-Bilder einer amorphen Si-Folie: rechts: optimal fokussiert, links: defokussiert (Tecnai TF30)

^[1] EMS-Programm, Version 1.2029 W2002, (P. A. Stadelmann, „EMS – A software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science“, *Ultramicroscopy* 21 (1987), 131 – 146)

Wir wollen nun versuchen, diese Effekte zu verstehen. Bei der HRTEM entsteht der Kontrast durch Phasenmodulation der ebenen Elektronenwelle durch die Atome innerhalb der Probe. Nach ABBE müssen zur Bildentstehung das 0. und mindestens das 1. Beugungsmaximum die Linse passieren. Beide legen die gleiche optische Wegstrecke zurück und interferieren bei einer fehlerfreien Abbildung in der GAUSSSchen Bildebene phasenrichtig miteinander. Bei einer fehlerbehafteten Abbildung und/oder Defokussierung entsteht eine Phasenschiebung zwischen den beiden Wellen. Die Schemata in Bild 16 sollen dies veranschaulichen.

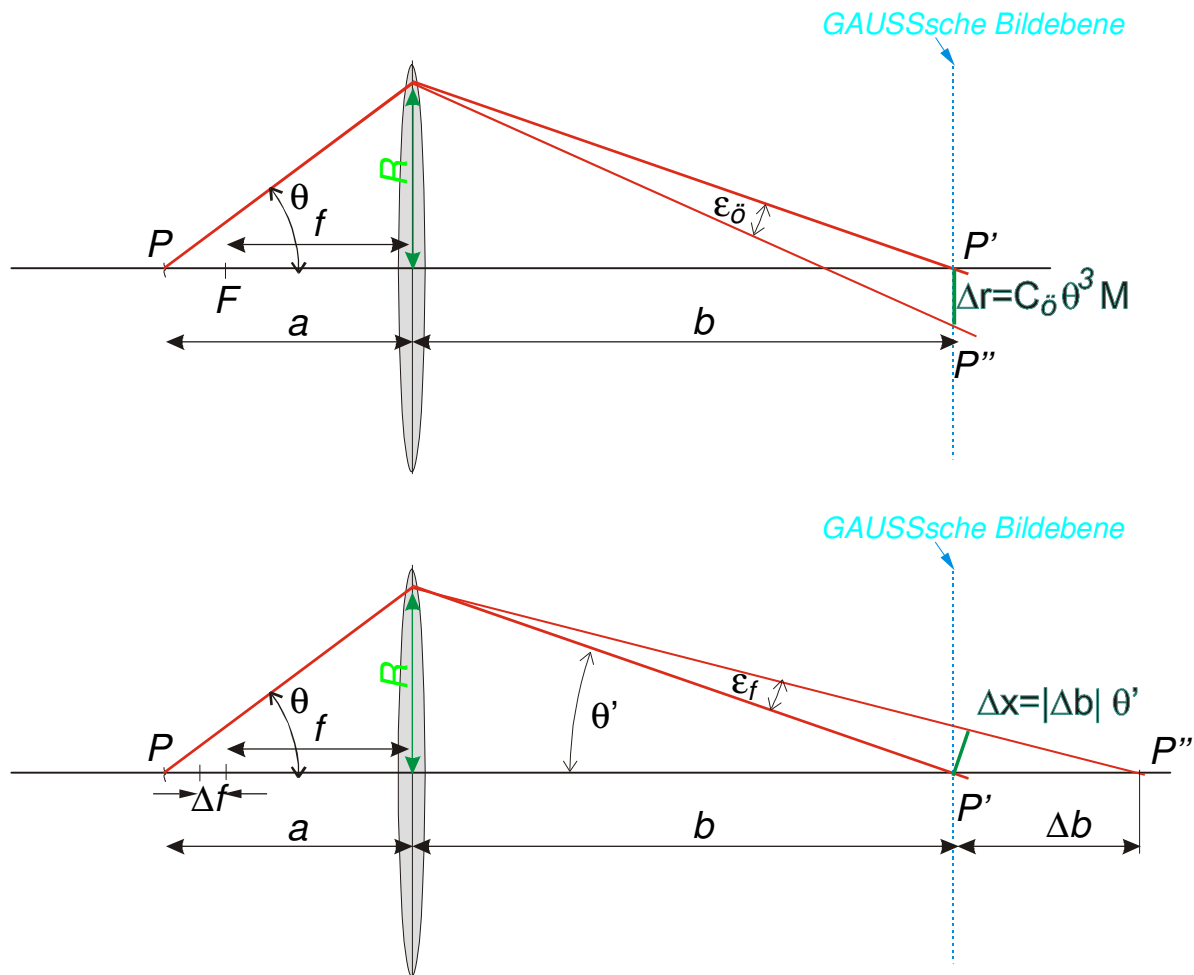


Bild 16: Einfluss des Öffnungsfehlers (oben) und der Defokussierung (unten) auf den Strahlengang ^[2]

Die Abkürzungen in Bild 16 haben folgende Bedeutung: P: Dingpunkt, P' Bildpunkt bei fehlerfreier Abbildung, P'' Bildpunkt bei fehlerbehafteter Abbildung, θ : Öffnungswinkel des in die Linse einfallenden Strahls, θ' : Öffnungswinkel des gebrochenen Strahls, F: dingseitiger Brennpunkt, f: Brennweite, Δf : Änderung der Brennweite bei Defokussierung, a: Dingweite, b: Bildweite, C_δ : Öffnungsfehlerkonstante und M: Vergrößerung.

Die obere Skizze in Bild 16 zeigt, dass der Öffnungsfehler zu einer Abweichung ϵ_δ des Öffnungswinkels der gebrochenen Strahlen führt. Es gilt:

$$\epsilon_\delta = \frac{\Delta r}{b} = \frac{C_\delta \cdot \theta^3 \cdot M}{b}$$

^[2] L. Reimer: "Transmission Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis", Springer-Verlag, Berlin 1997

sowie mit $\theta = \frac{R}{a}$, $a \approx f$ (hohe Vergrößerung) und $M = \frac{b}{a}$

$$\varepsilon_{\dot{o}} = \frac{C_{\dot{o}} \cdot R^3 \cdot b}{a^3 \cdot a \cdot b} = C_{\dot{o}} \frac{R^3}{f^4}.$$

Aus der unteren Skizze in Bild 16 folgt für den Einfluss einer Defokussierung (Brennweitenänderung Δf) ohne Berücksichtigung der Richtung der Winkelveränderung:

$$\varepsilon_f = \frac{\Delta x}{b} = \frac{|\Delta b| \cdot \theta'}{b} = \frac{|\Delta b| \cdot R}{b \cdot b} = \frac{|\Delta b| \cdot R}{b^2}$$

Aus der Abbildungsgleichung

$$\frac{1}{f + \Delta f} = \frac{1}{a} + \frac{1}{b + \Delta b} \quad \text{bzw.} \quad \frac{1}{f} \left(1 - \frac{\Delta f}{f} + \dots \right) = \frac{1}{a} + \frac{1}{b} \left(1 - \frac{\Delta b}{b} + \dots \right)$$

folgt

$$\frac{1}{f} - \frac{\Delta f}{f^2} = \frac{1}{a} + \frac{1}{b} - \frac{\Delta b}{b^2} \quad \text{bzw. mit} \quad \frac{1}{f} = \frac{1}{a} + \frac{1}{b}: \quad \frac{\Delta f}{f^2} = \frac{\Delta b}{b^2}$$

sowie für die Winkeländerung $\varepsilon_f = \frac{\Delta f \cdot R}{f^2}$.

Betrachten wir nun die Auswirkungen der Gesamtwinkeländerung $\varepsilon = \varepsilon_{\dot{o}} - \varepsilon_f$ auf die

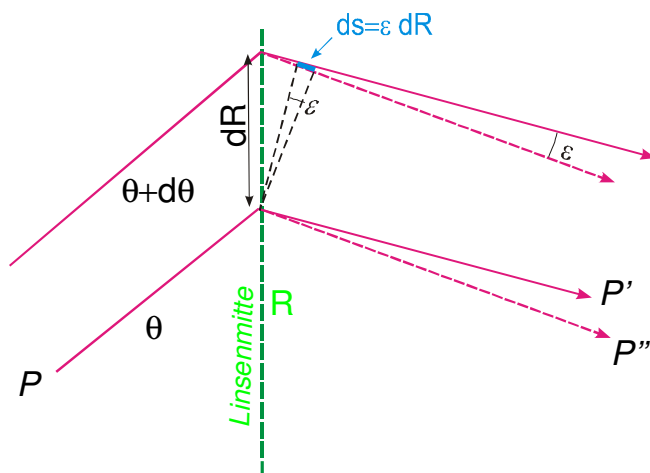


Bild 17: Zur Herleitung des Gangunterschiedes bei fehlerbehafteter Abbildung

Phasenschiebung $\Phi(\theta) = 2\pi \cdot \frac{\Delta s}{\lambda}$

mit Δs als durch die fehlerhafte Abbildung hervorgerufenen Gangunterschied zwischen den Wellenfronten und λ als Elektronenwellenlänge. Zur Berechnung von Δs schauen wir auf Bild 17. Die Änderung des Öffnungswinkels θ um einen infinitesimal kleinen Betrag $d\theta$ führt zu einem Gangunterschied

$$ds = \varepsilon dR.$$

Der gesamte Gangunterschied Δs wird durch Integration über alle ds

berechnet:

$$\Delta s = \int ds = \int_0^R \varepsilon \cdot dR = \int_0^R (\varepsilon_{\dot{o}} - \varepsilon_f) \cdot dR$$

Nach Einsetzen der o.g. Zusammenhänge folgt damit für die Phasendifferenz zwischen 0. und 1. Beugungsmaximum:

$$\Phi(R) = 2\pi \cdot \frac{\Delta s}{\lambda} = \frac{2\pi}{\lambda} \int_0^R \left(C_{\dot{o}} \cdot \frac{R^3}{f^4} - \Delta f \cdot \frac{R}{f^2} \right) \cdot dR = \frac{\pi}{\lambda} \left(\frac{C_{\dot{o}}}{2} \cdot \frac{R^4}{f^4} - \Delta f \cdot \frac{R^2}{f^2} \right)$$

Mit Berücksichtigung von $\theta = \frac{R}{a} \approx \frac{R}{f}$ und $\theta = \frac{\lambda}{d} = \lambda \cdot q$ (BRAGG'sches Gesetz) folgt daraus:

$$\Phi(\theta) = \frac{\pi}{\lambda} \left(\frac{C_{\ddot{O}}}{2} \cdot \theta^4 - \Delta f \cdot \theta^2 \right) \quad \text{bzw.} \quad \Phi(q) = \frac{\pi}{2} \left(C_{\ddot{O}} \cdot \lambda^3 \cdot q^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q^2 \right)$$

Für die resultierende Wellenfunktion mit der Amplitude A_0 gilt unter Berücksichtigung dieser Phasenschiebung in Abhängigkeit von der Raumfrequenz q :

$$W(q) = A_0 \cdot \left\{ \cos \left[\frac{\pi}{2} \left(C_{\ddot{O}} \cdot \lambda^3 \cdot q^4 + 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q^2 \right) \right] - i \cdot \sin \left[\frac{\pi}{2} \left(C_{\ddot{O}} \cdot \lambda^3 \cdot q^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q^2 \right) \right] \right\}$$

Diese Funktion wird auch als Kontrastübertragungsfunktion bezeichnet. Die Amplitude A_0 ist das Produkt aus zwei Größen: Der Faktor A_B beschreibt die Begrenzung des Öffnungswinkels θ_{\max} (und damit der maximalen Raumfrequenz $q_{\max} = \theta_{\max} / \lambda$ durch die Objektivaperturblende (Kontrastblende) und die Dämpfung der Wellenfunktion durch die begrenzte Kohärenz bei großen Raumfrequenzen. Die Berücksichtigung der Aperturblende erfolgt durch eine Funktion

$$A_B(q) = \begin{cases} 1 & q \leq q_{\max} \\ \text{wenn} & \\ 0 & q > q_{\max} \end{cases}$$

Der zweite Faktor A_{ink} beschreibt die Dämpfung der Kontrastübertragungsfunktion durch inkohärente Elektronen. Dämpfungen werden i.A. durch Exponentialfunktionen erfasst. Die inkohärenten Elektronen haben eine Schwankung der Wellenlänge und damit einen Farbfehler zur Folge, der ähnlich wie der Öffnungsfehler durch ein Farbfehlerscheibchen mit dem (auf das Bild bezogenen) Radius

$$\Delta r_c = C_c \cdot \theta \cdot \frac{\Delta E}{E_0} \cdot M$$

(ΔE : Energiebreite der Elektronen, E_0 : Primärelektronenenergie, C_c : Farbfehlerkonstante) berücksichtigt wird. Analog zur Überlegung zum Einfluss des Öffnungsfehlers lässt sich daraus für die Phasenschiebung durch den Farbfehler die Beziehung

$$\Phi_c(q) = \pi \cdot C_c \cdot \frac{\Delta E}{E_0} \lambda \cdot q^2$$

herleiten. Dies ist allerdings die maximal mögliche Phasenschiebung. Die aktuelle Energie E eines Elektrons liegt zwischen $E_0 - \Delta E$ und $E_0 + \Delta E$. Die daraus resultierenden unterschiedlichen Phasenschiebungen führen zu „verschmierten“ Interferenzen und damit zu einer Abnahme der Amplitude der resultierenden Welle. Wir berücksichtigen dies durch eine Funktion der Form

$$A_{\text{ink}}(q) = \exp \left\{ - [\Phi_c(q)]^2 \right\} = \exp \left\{ - \pi^2 \cdot C_c^2 \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0} \right)^2 \lambda^2 \cdot q^4 \right\}$$

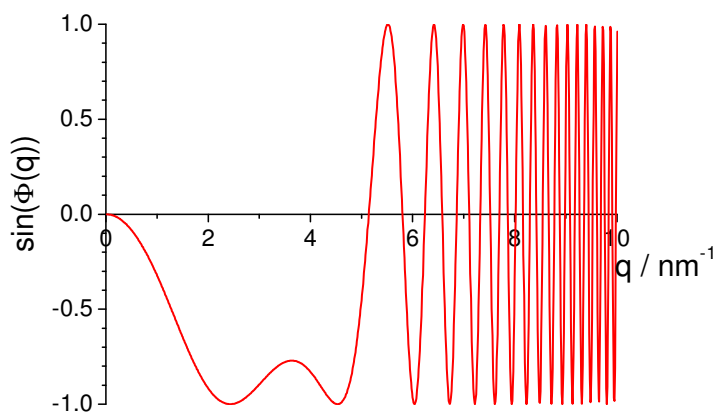


Bild 18: Imaginärteil der Kontrastübertragungsfunktion ohne Dämpfung (berechnet für: 300 kV, $C_s = 1.2$ mm, $\Delta f = 57$ nm)

Der Imaginärteil der Wellenfunktion beschreibt die Phase. Er ist in Bild 18 als Funktion der Raumfrequenz q für eine spezielle Gerätekonfiguration, die näherungsweise dem im Praktikum benutzten Technai F30 entspricht, wiedergegeben. Bei jedem Nulldurchgang der Funktion kehrt sich der Kontrast um, d.h. unterschiedliche Raumfrequenzen (und damit unterschiedliche Abstände von Objektdetails) erfahren u.U. eine Kontrastumkehr. Die zu den

Nulldurchgängen gehörenden Raumfrequenzen werden überhaupt nicht übertragen. Bis zu dem auf $q = 0$ folgenden Nulldurchgang (in Bild 18 bei $q_0 = 5.1 \text{ nm}^{-1}$) wechselt der Kontrast nicht, d.h. bis dahin ist die Bildinterpretation einfach. Mit dieser Kenntnis kann der Begriff „Auflösungsvermögen“ neu definiert und präzisiert werden: Der Kehrwert $\delta_0 = 1/q_0$ wird als „Punktauflösung“ bezeichnet. Der benutzte Defokus $\Delta f = 57 \text{ nm}$ wird als „Scherzer-Fokus“ bezeichnet. Das ist der Defokuswert, bei dem ein möglichst breites q -Band nahezu konstante Werte annimmt, d.h. der Kontrast sich in diesem Bandbereich nicht entscheidend ändert. In Bild 18 reicht dieser Bereich von 2 nm^{-1} bis 5 nm^{-1} . Wir nehmen an, dass das lokale Maximum bei $q_{\max} \approx 3.5 \text{ nm}^{-1}$ einen Wert von -0.8 nicht überschreiten soll, d.h.

$$\sin(\Phi(q_{\max})) = -0.8 \quad \text{bzw.} \quad \Phi(q_{\max}) = \arcsin(-0.8) = -2.214 = -0.705\pi$$

Wir berücksichtigen nur den genannten Bandbereich, vernachlässigen die starken Oszillationen und betrachten das Argument der Sinusfunktion.

Mit $\Phi(q) = \frac{\pi}{2} (C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot q^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q^2)$ muss für den Extremwert an dieser Stelle gelten:

$$\frac{d\Phi}{dq} \Big|_{q_{\max}} = \frac{\pi}{2} (4 \cdot C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot q_{\max}^3 - 4 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q_{\max}) = 0$$

bzw.

$$q_{\max}^2 = \frac{\Delta f}{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^2}$$

Wir benutzen

$$\Phi(q_{\max}) = \frac{\pi}{2} (C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot q_{\max}^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q_{\max}^2) = -0.705\pi$$

$$C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot q_{\max}^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q_{\max}^2 = -1.41$$

$$\therefore C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot \frac{(\Delta f)^2}{C_{\ddot{o}}^2 \cdot \lambda^4} - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot \frac{\Delta f}{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^2} = -1.41$$

bzw.

$$\Delta f = \sqrt{1.41 \cdot C_{\ddot{o}} \cdot \lambda} = 1.2 \cdot \sqrt{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda}$$

Dies ist die Formel zur Berechnung des o.g. Scherzer-Fokus. Daraus folgt für die Punktauflösungsgrenze δ_0 (Nulldurchgang der Kontrastübertragungsfunktion) mit

$$\Phi(q_{\text{aufl}}) = \frac{\pi}{2} (C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3 \cdot q_{\text{aufl}}^4 - 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda \cdot q_{\text{aufl}}^2) = 0$$

$$q_{\text{aufl}}^2 = \frac{2 \cdot \Delta f \cdot \lambda}{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3} = \frac{2 \cdot 1.2 \cdot \sqrt{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda}}{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^2} = \frac{2.4}{\sqrt{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3}}$$

$$\delta_0 = \frac{1}{\sqrt{q_{\text{aufl}}^2}} = \frac{\sqrt[4]{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3}}{\sqrt{2.4}} = 0.64 \cdot \sqrt[4]{C_{\ddot{o}} \cdot \lambda^3}$$

Mit dieser präzisierten Formel können wir das eingangs mit dem vereinfachten Modell berechnete Auflösungsvermögen korrigieren. Für 200 kV erhalten wir bei einer Öffnungsfehlerkonstante von 2 mm nun $\delta_0 = 2.7 \text{ \AA}$.

Bild 19 zeigt die Kontrastübertragungsfunktion mit Berücksichtigung der Dämpfung. Die Amplitude der Oszillationen nimmt exponentiell ab. Damit läßt sich ein zusätzlicher Wert q_{lim}

definieren, bei dem die Amplitude beispielsweise auf ein Zehntel gesunken ist. Unter Benutzung der Gleichung für die Dämpfung folgt damit

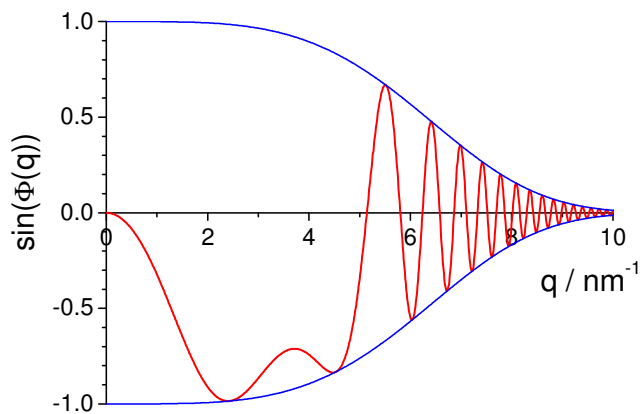


Bild 19: Kontrastübertragungsfunktion wie in Bild 18 aber mit Berücksichtigung der Dämpfung (berechnet für: 300 kV, $C_S = 1.2$ mm, $\Delta f = 57$ nm, $C_C = 1.5$ mm, $\Delta E = 0.7$ eV)

$$A_{ink}(q_{lim}) = 0.1 = \exp\left\{-\pi^2 \cdot C_C^2 \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)^2 \lambda^2 \cdot q_{lim}^4\right\}$$

$$\ln(0.1) = -2.303 = -\pi^2 \cdot C_C^2 \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)^2 \lambda^2 \cdot q_{lim}^4$$

$$q_{lim}^4 = \frac{2.303}{\pi^2 \cdot C_C^2 \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)^2 \lambda^2}$$

$$q_{lim} = \frac{1.232}{\sqrt{\pi \cdot C_C \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)} \cdot \lambda}$$

bzw.

$$\delta_{lim} = \frac{1}{q_{lim}} = 0.812 \cdot \sqrt{\pi \cdot C_C \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)} \cdot \lambda$$

was auch als Informationslimit bezeichnet wird. Für die im Bild 19 angegebene Konfiguration ergibt sich ein Informationslimit von 1.2 \AA . Das entspricht dem Grenzwert der Auflösung, bei dem aufgrund der Oszillationen der Kontrastübertragungsfunktion die Bildinterpretation allerdings kompliziert ist.

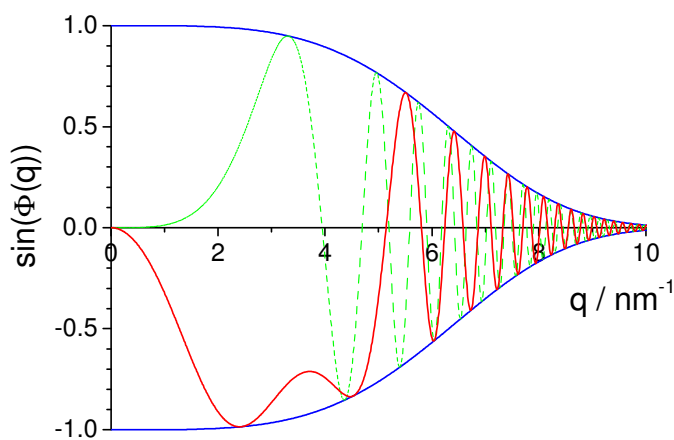


Bild 20: Kontrastübertragungsfunktionen mit Berücksichtigung der Dämpfung (berechnet für: 300 kV, $C_S = 1.2$ mm, $C_C = 1.5$ mm, $\Delta E = 0.7$ eV, $\Delta f = 57$ nm bzw. $\Delta f = 0$)

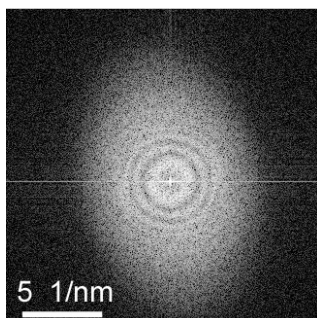


Bild 21: Fouriertransformierte des rechten Teilbildes von Bild 15

Mit diesen Erkenntnissen betrachten wir nun erneut das Bild 15. In dem amorphen Film treten alle Distanzen zwischen den Atomen auf. Die Kontrastübertragungsfunktion filtert wegen ihrer Oszillationen unterhalb der Punktauflösung bei der Abbildung nur bestimmte Abstände heraus, die dann im Bild zu sehen sind. Da das Aussehen der Kontrastübertragungsfunktion u.a. von der Fokussierung abhängt (vgl. Bild 20), ändern sich auch die gefilterten Abstände, die „Granulation“ im Bild ändert sich.

Die Frage ist nun, wie man die Kontrastübertragungsfunktion messen, d.h. sichtbar machen kann. Da die amorphe Folie alle Distanzen zur Verfügung stellt, ist das (hochvergrößerte) elektronenmikroskopische Bild die Konsequenz der Kontrastübertragungseigenschaften. Wir müssen das Bild in den reziproken Raum umrechnen, was durch eine Fouriertransformation erfolgt (vgl. Bild 21). Die Intensitätsverteilung in radialer Richtung stellt das Quadrat der Kontrastübertragungsfunktion dar. Durch die zweidimensionale Darstellung

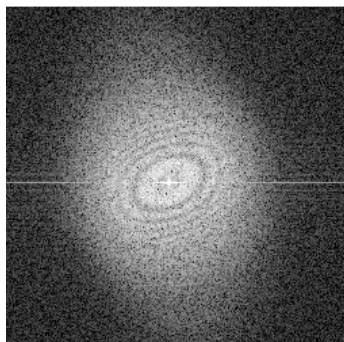


Bild 22: Fouriertransformierte eines astigmatischen Bildes von einer amorphen Probenstelle

beinhaltet die Fouriertransformierte gleichzeitig die Azimutabhängigkeit der Kontrastübertragungsfunktion. Bilden die Helligkeitsmaxima in der Fouriertransformierten eines Bildes von einer amorphen Probenstelle keine Kreise sondern Ellipsen, so bedeutet dies, dass die Defokussierungen (bzw. die Brennweiten) in verschiedenen Richtungen unterschiedlich sind, was charakteristisch für den Astigmatismus ist (vgl. Bild 22). Mit Hilfe des Objektivstigmators kann dieser korrigiert werden.

Zum Schluss soll noch einmal auf das Bild 14 eingegangen werden. Die Abhängigkeit des Hochauflösungsbildes von der Fokussierung ist über die Kontrastübertragungsfunktion zu erklären. Zum Verständnis des Dickeneinflusses ist zu berücksichtigen, dass beim Durchgang der Elektronenwelle durch die Probe deren Intensität zwischen durchgehender und gestreuter Welle hin- und herpendelt, d.h. die Verteilung der Intensitäten auf durchgehende und gestreute Wellen ist dickenabhängig. Dies beeinflusst die Interferenz in der Bildebene und damit das Hochauflösungsbild.

7. Raster-Transmissionselektronenmikroskopie

(„STEM“, d.i. *Scanning Transmission Electron Microscopy*)

Bei analytischen Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop ist im Interesse einer hohen räumlichen Auflösung ein nanoskaliges Anregungsgebiet erwünscht. Die Elektronenoptik des Beleuchtungssystems eines TEM (Doppelkondensor und Teil des Objektivfeldes vor dem Objekt) ist in der Lage, den Elektronenstrahl sehr fein zu fokussieren und damit Elektronensondendurchmesser von weniger als 1 nm in der Probenebene zu erzeugen. Ablenkensysteme ermöglichen das Rastern dieser feinen Elektronensonde auf der Probe, analog zu dem aus der konventionellen Rasterelektronenmikroskopie bekannten Verfahren. Die Unterschiede

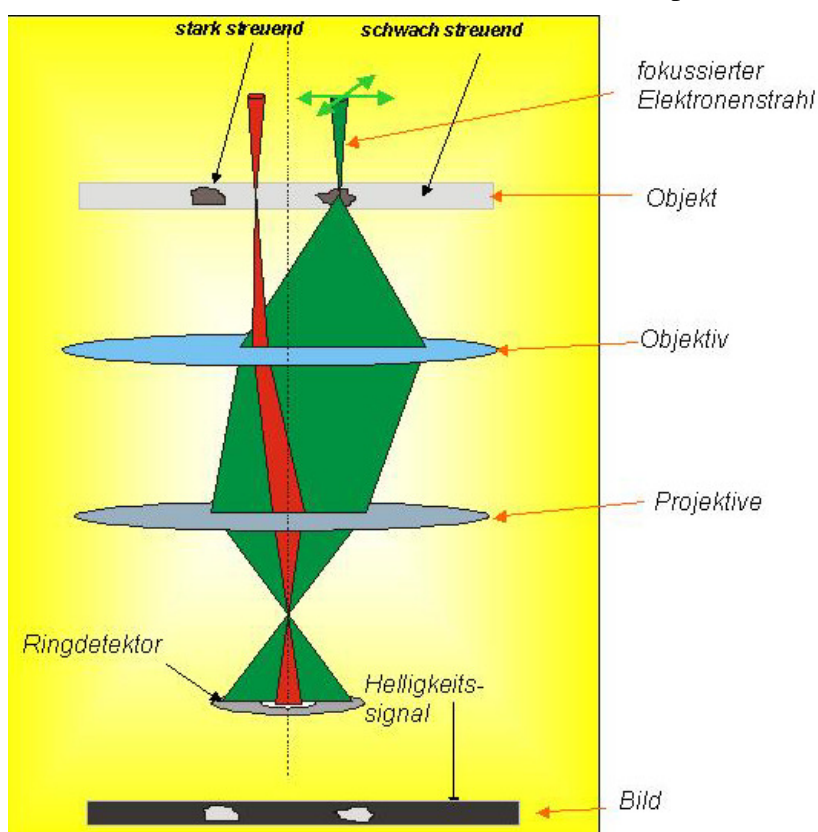


Bild 23: Kontrastentstehung im STEM-HAADF-Bild

liegen zum einen in der erreichbaren Kleinheit der Sonde: Aufgrund der günstigen elektronenoptischen Bedingungen im TEM (sehr kleiner Arbeitsabstand) gelingt es, Sondendurchmesser von weniger als 0.2 nm zu erreichen. Zum anderen beruht aufgrund der Durchstrahlbarkeit der Probe der Kontrastmechanismus auf den gleichen Prinzipien wie bei der konventionellen („Ruhebild“-)

Transmissionselektronenmikroskopie: Wenig gestreute Elektronen gelangen in den Detektor, stark gestreute Elektronen nicht („STEM-Hellfeldbild“) oder umge-

kehrt („STEM-Dunkelfeldbild“). Die elektronentransparenten Proben haben einen entscheidenden Vorteil: Im Gegensatz zu den kompakten Objekten im konventionellen Rastermikroskop bildet sich in den dünnen Folien kein größeres Anregungsgebiet („Anregungsbirne“) aus. Damit gelingt es, auch im STEM-Verfahren eine Auflösung von besser als 1 nm zu erreichen.

In modernen „TEM/STEM“-Geräten wird häufig ein ringförmiger Weitwinkel-Detektor für die Dunkelfeldabbildung eingesetzt (HAADF: High Angle Annular Darkfield, s. Bild 23). Die ringförmige Anordnung des Detektors sorgt für einen effektiven Nachweis der stärker gestreuten Elektronen, verbunden mit einem starken Massendickekontrast.

8. Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Durch inelastische Wechselwirkung der Strahlelektronen mit den Elektronenhüllen der Atome innerhalb des elektronenmikroskopischen Objektes können u.a. Elektronen von inneren Schalen entfernt werden. Dieser Zustand ist nicht stabil und wird durch Übergang von Elektronen aus energetisch höheren Schalen verändert. Die dabei freiwerdende Energie wird zur Emission eines Röntgenquants oder eines AUGER-Elektrons benutzt, deren Energien wiederum charakteristisch für den energetischen Abstand der beteiligten Elektronenzustände und damit für das Element sind. Für die Röntgenspektroskopie sind die Quantenenergien maßgebend. Die Elektronenzustände werden durch vier Quantenzahlen beschrieben: die Hauptquantenzahl n kennzeichnet die Schale ($n = 1$: K-Schale, $n = 2$: L-Schale, $n = 3$: M-Schale usw.); die Nebenquantenzahl l kennzeichnet den Bahndrehimpuls ($l = 0, \dots, n-1$), die magnetische Quantenzahl m die z-Komponente des Drehimpulses ($m = -l \dots +l$) und die Spinquantenzahl s den Eigendrehimpuls des Elektrons ($s = \pm 1/2$). Die Elektronen müssen sich in mindestens

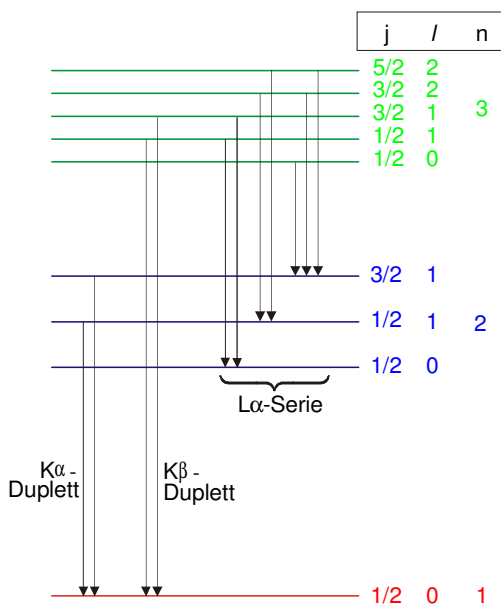


Bild 24: Schema zur Erläuterung der Peakbezeichnung bei EDXS

einer dieser Quantenzahlen unterscheiden (PAULI-Prinzip). Die Gesamtdrehimpuls-Quantenzahl ist $j = l + s$. Für Strahlung sind quantenmechanisch nur Übergänge erlaubt, für die gilt: $\Delta l = \pm 1$ und $\Delta j = 0, \pm 1$. Die möglichen Elektronenenergiezustände für die inneren drei Schalen und die zwischen ihnen erlaubten Übergänge sind schematisch in Bild 24 dargestellt.

Die Bezeichnung der charakteristischen Röntgenlinien („Peaks“) im Spektrum leitet sich aus dem Termschema (Bild 24) ab: Der Großbuchstabe (z.B. K) gibt die ionisierte Schale an, die durch einen Elektronenübergang aufgefüllt wird. Der griechische Buchstabe gibt an, aus welcher Schale das Auffüllelektron stammt.

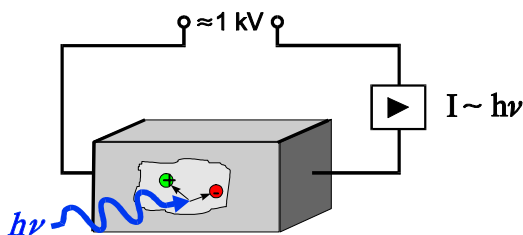


Bild 25: Schema des Röntgennachweises im Halbleiterdetektor

Bei der energiedispersiven Röntgenspektroskopie erfolgt der *energieselektive Nachweis der Röntgenstrahlung mit einem Halbleiterdetektor* (vgl. Bild 25). Das Röntgenquant dringt nach Passieren eines dünnen ($0,3 \mu\text{m}$ dicken) Kunststofffensters in einen Germanium- (oder Silizium-) Einkristall ein und er-

zeugt Elektron-Loch-Paare. Diese verursachen einen kurzzeitigen Strompuls I im äußeren Stromkreis. Die Energie des Röntgenquants bestimmt die Zahl der Elektron-Loch-Paare und damit die Höhe des Strompulses. Die Zahl der emittierenden Atome in der Probe („Elementkonzentration“) bestimmt die Zahl der Röntgenquanten und damit die Zahl der Strompulse pro Zeiteinheit. Zur Verminderung des Rauschens im Detektoreinkristall und dem unmittelbar dahinter befindlichen Vorverstärker werden beide mit flüssigem Stickstoff (-196°C) gekühlt.

Die Verarbeitung dieser Informationen erfolgt im Computer. Die Software beinhaltet u.a. auch die abgespeicherten charakteristischen Röntgenenergien und ermöglicht die schnelle Elementanalyse.

In Bild 26 ist ein Beispiel für ein im analytischen TEM bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV aufgenommenes Spektrum von einer Chrom-Nickel-Probe dargestellt. Die einzelnen Röntgenlinien sind aufgrund des Detektorrauschens und der damit verbundenen begrenzten Spektrometerauflösung (130 eV) zu Peaks verbreitert. Sie sind in der in Bild 8 erläuterten Art und Weise bezeichnet. Neben den erwarteten Cr- und Ni-Peaks wird auch

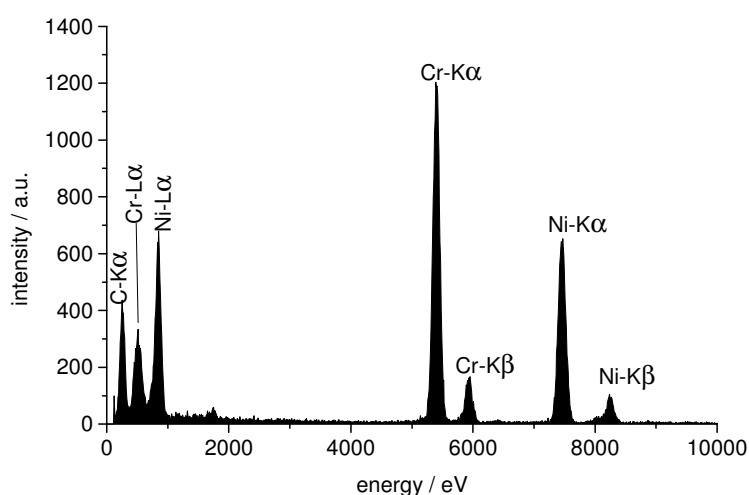


Bild 26: EDX-Spektrum von einer Chrom-Nickel-Probe

Kohlenstoff nachgewiesen.

Neben der *qualitativen Elementanalyse* kann aus den Spektren auch die *quantitative Zusammensetzung* der Probe an der untersuchten Stelle errechnet werden. Für das Verhältnis der Konzentrationen c_A und c_B zweier Elemente A und B gilt nach CLIFF und LORIMER die Beziehung

$$\frac{c_A}{c_B} = \frac{k_A}{k_B} \cdot \frac{i_A}{i_B}$$

mit i_A und i_B als Intensitäten der charakteristischen Röntgenpeaks (Peakflächen) der Elemente A und B (z.B. der $K\alpha$ -Peaks von Cr und Ni in Bild 26) sowie k_A und k_B als zugehörige Empfindlichkeitsfaktoren. Die Empfindlichkeitsfaktoren berücksichtigen die energieabhängigen Wirkungsquerschnitte der Einzelschritte bei der Röntgenspektroskopie. Dies sind die Wahrscheinlichkeit für die Ionisierung durch Entfernung eines Elektrons aus einer inneren Schale (Ionisationsquerschnitt), die Wahrscheinlichkeit für die Emission eines Röntgenquants (Fluoreszenzausbeute) und die Wahrscheinlichkeit, mit der das Röntgenquant im Spektrometer detektiert wird (Spektrometereffizienz). Die Empfindlichkeitsfaktoren k können anhand von Modellen berechnet oder mit Hilfe von Standards gemessen werden. Bei Benutzung berechneter k -Faktoren („standardlose Quantifizierung“) ergibt sich aus dem Spektrum in Bild 26 ein Atom-Verhältnis Cr/Ni von 1,7. Aufgrund der modellmäßigen Annahmen bei der Rechnung kann der relative Fehler bei der standardlosen Quantifizierung bis zu 30% betragen. Durch Messung an Standards kann er auf unter 5% reduziert werden.

9. Elektronen-Energieverlust-Spektroskopie

Elektronen des Primärstrahls, die eine inelastische Wechselwirkung mit dem Objekt erfahren, verlieren dabei eine Energie ΔE . Diese wird benutzt, um Elektronen aus der äußeren Hülle der

Atome oder von inneren Schalen zu entfernen (Ionisationsverluste) bzw. das Elektronengas als Gesamtheit zu Schwingungen anzuregen (Plasmonenverluste). Im Falle der Ionisationsverluste unter Beteiligung innerer Schalen ("core-loss") entspricht ΔE der Differenz des Niveaus E_{end} des angeregten Elektrons im ionisierten Zustand und des Energieniveaus E_{anf} dieses Elektrons im Grundzustand:

$$\Delta E_{\text{ion}} = |E_{\text{end}} - E_{\text{anf}}|.$$

Diese Differenz ist elementspezifisch und begründet die Form der "Verlustkante". Der minimale Energieverlust für die Primärelektronen (Beginn der Kante, "onset") wird erreicht, wenn E_{end} dem energetisch niedrigsten ("ersten") freien Energiezustand entspricht. ΔE_{ion} sorgt in

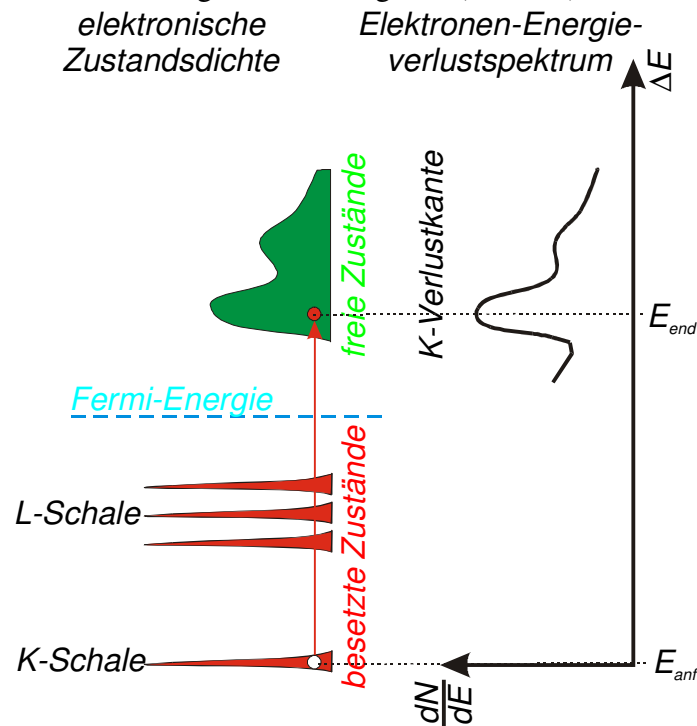


Bild 27: elektronische Zustandsdichte und Elektronen-Energieverlust-Spektrum

diesem Fall dafür, dass das am Atom gebundene Elektron aus seinem Grundzustand in diesen ersten freien Zustand verschoben wird (vgl. Bild 27). Die nächsten freien Zustände sind auch erreichbar, allerdings erfordert dies eine höhere Energie ΔE_{ion} , die dem Primärelektron entzogen wird. Die Verlustkante setzt demzufolge bei einem elementspezifischen Wert ein und zieht sich über einige eV hin. Ihre Feinstruktur in diesem "kantennahen" Bereich wird durch die Dichte der freien Elektronenzustände und damit von Ordnungszahl und chemischer Bindung innerhalb des Objektes bestimmt.

Die Größe des Energieverlustes bei Plasmonenanregung wird bestimmt durch die Eigenfrequenz ω_p der Schwingung des Elektronengases: $\Delta E_p = \hbar \cdot \omega_p$. Diese Eigenfrequenz

ist ebenfalls elementspezifisch. Eine Elementanalyse ist demzufolge sowohl anhand der core-loss-Ionisationskanten als auch anhand der Plasmonenverluste möglich. Die Plasmonenverluste liegen für verschiedene Elemente allerdings energetisch sehr eng beieinander, so dass i.a. zur Elementanalyse die Ionisationskanten bevorzugt werden.

Instrumentelle Voraussetzung für diese Analysen ist ein *Spektrometer* zur Messung der Energie der Primärelektronen nach deren Durchgang durch das Objekt. Solche Spektrometer enthalten als dispersives Element ein Magnetfeld. Beim Eintritt von Elektronen in dieses Feld erfahren diese die Lorentzkraft

$$\vec{F} = -e \cdot \vec{v} \times \vec{B},$$

die von der Elementarladung e , der magnetischen Induktion B (und damit von der magnetischen Feldstärke) und von der Geschwindigkeit v der Elektronen (und damit von ihrer Energie) abhängt. Die Ablenkung der Elektronen ist umso größer, je kleiner ihre Energie ist. Hinter dem Magnetfeld befindet sich eine elektronenempfindliche CCD-Zeile ("CCD - charge coupled devices") aus beispielsweise 1024 Elementen, die die Intensität ortsabhängig aufzeichnet. Damit wird ein größerer Energiebereich gleichzeitig erfasst ("parallel recording electron energy loss spectrometer - PEELS"). Elektronenoptische Elemente innerhalb des

Spektrometers ermöglichen die Fokussierung des Elektronenstrahls und die Einstellung der Größe der Dispersion. Ältere Spektrometer besitzen anstelle der CCD-Zeile einen einfachen Spalt, der nur Elektronen innerhalb eines Energiefensters δE hindurchläßt. Dahinter befindet sich ein Elektronendetektor, beispielsweise ein Leuchtschirm mit Photovervielfacher. Die unterschiedlichen Energien können durch Veränderung des Magnetfeldes angesteuert werden. Der Nachteil dieser seriellen Aufzeichnung im Vergleich zu PEELS besteht in den wesentlich längeren Meßzeiten.

Ein typisches Elektronen-Energieverlust-Spektrum ist in Bild 28 gezeigt. Die Primärenergie, d.h. die Energie mit Energieverlust $\Delta E = 0$, beträgt 200 keV, das Objekt ist eine Mangan-Nickel-Mischschicht.

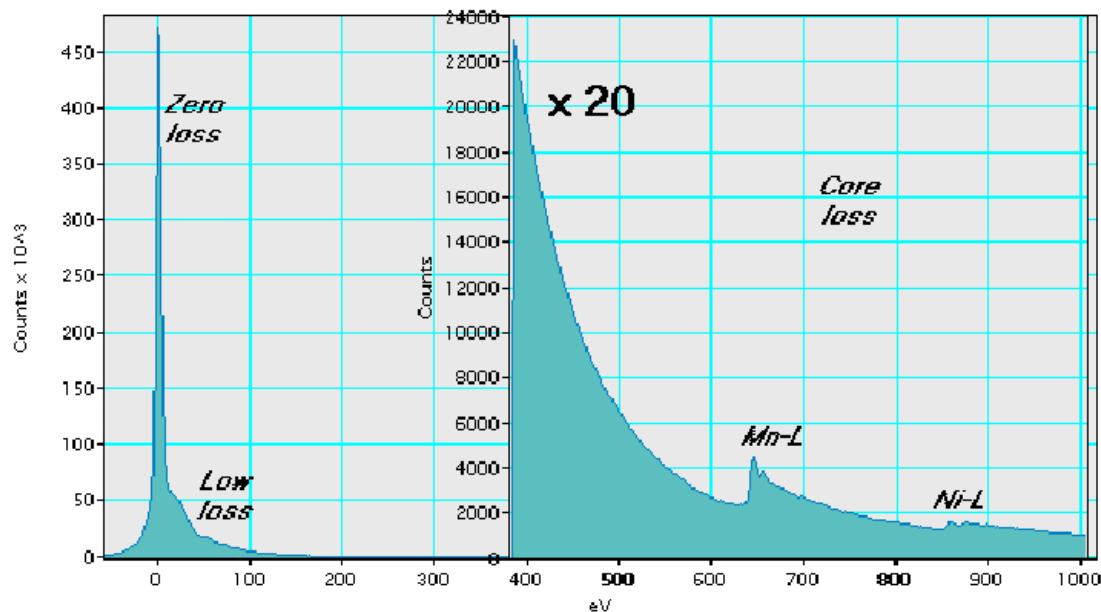


Bild 28: EEL-Spektrum von einer dünnen Mn-Ni-Mischschicht

Im Spektrum sind drei Bereiche zu unterscheiden:

1. Der zero-loss Peak, dessen Fläche die Zahl der elastisch (d.h. ohne Energieverlust) gestreuten Elektronen repräsentiert,
2. der low-loss Bereich, der Verluste durch Plasmonenanregung, Interbandübergänge und Ionisation aus äußeren besetzten Zuständen beinhaltet und
3. der core-loss Bereich, der die Verlustkanten durch Ionisation aus inneren Schalen (im Beispiel die L-Schale von Mn bzw. Ni) umfaßt.

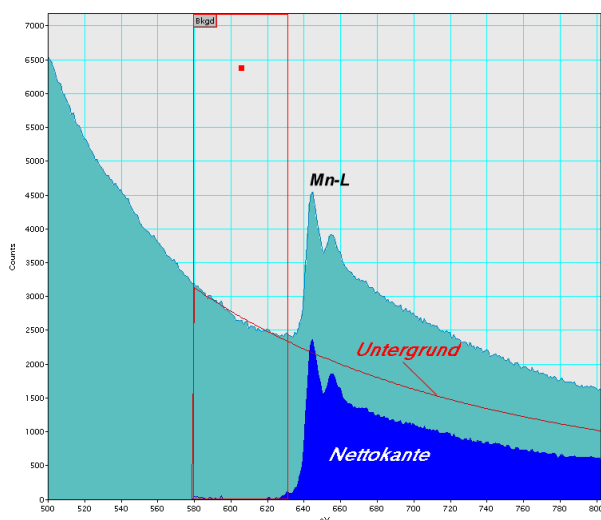


Bild 29: Untergrundanpassung und -subtraktion zur Bestimmung der Nettokantenintensität (Beispiel: Mn-L-Kante)

Die Wahrscheinlichkeit für Plasmonenanregung nimmt mit steigender Objektstärke zu. Es ist deshalb möglich, aus dem Verhältnis der Peakflächen des low-loss Bereiches und des zero-loss die Objektstärke in Vielfachen der "mittleren freien Weglänge" für die inelastische Streuung zu berechnen. Im obigen Beispiel ergibt sich ein Faktor von 0,36. Die mittlere freie Weglänge ist materialabhängig. Für die Mn-Ni-Schicht liegt sie bei ca. 100 nm, d.h. die Objektstärke beträgt ca. 36 nm. Für die EEL-

Spektroskopie sind dünne Präparate sehr wichtig. Ihre Dicke sollte kleiner als die mittlere freie Weglänge für die inelastische Streuung sein, um Mehrfachstreuung und die daraus folgende Kantenverschmierung zu vermeiden.

Vor einer quantitativen Auswertung der Spektren im core-loss Bereich müssen die Netointensitäten i_A und i_B zweier Verlustkanten bestimmt werden. Dazu wird ein Untergrund der Form $u = u_0 \cdot \left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)^{-r}$ angepaßt und subtrahiert (vgl. Bild 29).

Für das Konzentrationsverhältnis der beiden Elemente A und B gilt dann

$$\frac{c_A}{c_B} = \frac{\sigma_B}{\sigma_A} \cdot \frac{i_A}{i_B} ,$$

wobei σ_A und σ_B die Anregungswahrscheinlichkeiten (Wirkungsquerschnitte) für die elementspezifischen Verlustkanten A und B sind. Sie werden bestimmt durch die Ionisierungswahrscheinlichkeiten für die eingangs geschilderten core-loss Übergänge und können mit quantenmechanischen Modellen berechnet werden (Wasserstoff-Modell, Hartree-Slater-Modell).

Für das Spektrum in Bild 28 folgt aus solchen Berechnungen ein Atom-Verhältnis Mn/Ni = 1,18. Der Fehler bei der Quantifizierung hängt ab von der Form der Kante, der Güte der Untergrundanpassung und der Eignung des benutzten Modells für die Berechnung der Wirkungsquerschnitte. Er kann bis zu 50 % betragen, durch Benutzung von Standards ähnlich wie bei EDXS jedoch deutlich verringert werden.

10. Aufgaben

- Justage des Transmissionselektronenmikroskops für konventionelle Abbildung und Elektronenbeugung
- Hell- und Dunkelfeldabbildung eines kristallinen Objektes
- Aufnahme eines Elektronenbeugungsdiagramms von einer dünnen, feinkristallinen Goldprobe.
- Bestimmung der Gerätekonstante λL anhand eines Ringdiagramms von Gold.
- HRTEM-Aufnahmen eines abgedünnten Si-Einkristalls und einer amorphen Probenstelle mit Astigmatismuskorrektur.
- Bestimmung der Zonenachse im HRTEM-Bild von Si. Einzeichnen der kristallografischen Richtungen.

Über Versuchsdurchführung und Auswertung ist ein Protokoll anzufertigen, das zur Leistungsbewertung herangezogen wird.

11. Schwerpunkte für die Versuchsvorbereitung

- Aufbau und Funktionsweise eines Transmissionselektronenmikroskops (Elektronenstrahler, elektromagnetische Linsen, Auflösungsvermögen, geometrische Optik, Kontrastentstehung).
- Überprüfung der Justage eines Transmissionselektronenmikroskops (Justageschritte, Zweck und Kriterien).
- Geometrische Beugungstheorie (BRAGG'sche Gleichung, reziprokes Gitter, EWALD-Konstruktion, Besonderheiten der Elektronenbeugung).

- Kristallografie (Elementarzelle, Kristallsysteme, flächen- und raumzentrierte Elementarzellen, Netzebenenabstände und Winkel zwischen den Netzebenen im kubischen Kristallsystem).
- Kontrastübertragung bei HRTEM, Scherzer-Fokus, Punktauflösungsvermögen, Informationslimit, Astigmatismuskorrektur.

Zur Vorbereitung auf das Praktikum können Sie versuchen, folgende Fragen zu beantworten:

1. Wie ist ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) aufgebaut?
2. Wodurch wird das Auflösungsvermögen des konventionellen TEM begrenzt und wie kann man es berechnen?
3. Welche Kontrastarten treten im konventionellen TEM-Bild auf und wie unterscheidet man sie?
4. Warum und wie kann man Atomsäulen abbilden?
5. Wie ist die Entstehung des Beugungsbildes im TEM zu erklären?
6. Worin unterscheiden sich Röntgen- und Elektronenbeugung?
7. Welche Überlegungen führen zum Bragg'schen Gesetz für die Elektronenbeugung (Herleitung)?
8. Was bedeuten die Begriffe Ewald-Kugel und Zonenachse?
9. Was besagt die Kontrastübertragungsfunktion in der HRTEM?
10. Wie ist der Kontrast im HRTEM-Bild von einer amorphen Folie zu interpretieren?
11. Wie kann der Astigmatismus bei der HRTEM korrigiert werden.

12. Literaturhinweise

Diese Einführung in die Transmissionselektronenmikroskopie

Download von Homepage <http://www.STEM.de>

D.B. Williams, C.B. Carter: „Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science“, Springer-Verlag, New York, 1996

J. Picht, J. Heydenreich: „Einführung in die Elektronenmikroskopie“, Verlag Technik, Berlin 1966

L. Reimer: "Transmission Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis“, Springer-Verlag, Berlin 1997

13. Versuchsbetreuung

Dr. J. Thomas,

Institut für komplexe Materialien des IFW Dresden

Abteilung Mikro- und Nanostrukturen

Labor für Analytische Transmissionselektronenmikroskopie

Helmholtzstraße 20, Gebäude A, Zimmer A EG.11 / 12,

Tel. 4659250 / 4659289 / 4659421

e-mail: j.thomas@ifw-dresden.de

<http://www.STEM.de>