Einführung zum Praktikumsversuch

Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenstrahlmikroanalyse

Dr. Günter Völksch

Institut für Glaschemie

Physikalischer Hintergrund:

Ausnutzung der Wechselwirkung von energiereichen Elektronen (REM: $E \le 30$ keV) mit den Atomen aus oberflächennahen Schichten von Festkörpern zur Abbildung der Oberflächen und zur qualitativen sowie quantitativen chemischen Analyse von Mikrobereichen.

Allgemeines:

Elektronenoptische Methoden zur Charakterisierung submikroskopischer Strukturen werden auf vielen Gebieten der naturwissenschaftlichen, technischen und medizinischen Forschung eingesetzt.

Im Zusammenhang damit wird in der Literatur eine Unzahl verschiedener Abkürzungen verwendet, von denen eine Auswahl nachfolgend aufgelistet ist:

AE	Augerelektronen
AES	Augerelektronenspektroskopie
ARM	Atomic resolution microscopy
BSE	Backscattered electrons
CL	Cathodoluminescence
CSEM	Conventional scanning electron microscopy
CTF	Contrast transfer function
CTEM	Conventional transmission electron microscopy
EBIC	Electron beam induced current
EDS	Energy dispersive X-ray spectrometry
EDX	Energy dispersive X-ray analysis
EELS	Electron energy loss spectrometry
EFTEM	Energy filtering transmission electron microscopy
EMPA	Electron microprobe analysis
EPMA	Electron probe microanalysis
ESEM	Environmental scanning electron microscopy
ESMA	Elektronenstrahlmikroanalyse
FEG	Field emission gun
FESEM	Field emission environmental scanning electron microscopy
HRTEM	High resolution transmission electron microscopy
HV	Hochvakuum, high vacuum
	High voltage
HVEM	High voltage electron microscopy
KL	Kathodolumineszenz
LVEM	Low voltage scanning electron microscopy
	Low vacuum scanning electron microscopy
RE	Rückstreuelektronen
REM	Rasterelektronenmikroskopie
SE	Sekundärelektronen, secondary electrons

SEM	Scanning electron microscopy
STEM	Scanning transmission electron microscopy
TEM	Transmissionselekronenmikroskopie
	Transmission electron microscopy
UHV	Ultrahochvakuum
WDS	Wavelength dispersive X-ray spectrometry
WDX	Wavelength dispersive X-ray analysis
TMBA	Too many bloody acronyms

Elektronenmikroskopie im Institut für Glaschemie:

Rasterelektronenmikroskop:

DSM 940A (Zeiss) mit EDX (eXL10/Oxford Instruments), WDX (3-PC/Microspec)

Transmissionselektronenmikroskop:

H8100 (Hitachi) mit EDX (ISIS/Oxford Instruments)

Präparationstechnik für REM und TEM:

- Bedampfungsanlage: auto 306 (Edwards)
- Sputteranlage: auto 306 (Edwards)
- Parallelschleifeinrichtung: Minimet 1000 (Wirtz-Buehler)
- Fadensäge: Modell 3242 (Well)
- Ultraschallkernschneider: Model 601 (Gatan)
- Dimpler: Model 656 (Gatan)
- Ionendünnungsanlage: 2 Stück RES 010 (Bal Tec)

Literatur zu Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenstrahlmikroanalyse:

L. Reimer

Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden Springer Verlag: Berlin/Heidelberg/New York, 1967

O. Brümmer

Mikroanalyse mit Elektronen- und Ionensonden VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie: Leipzig, 1980

J.I. Goldstein, D.E. Newbury u.a. Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis Plenum Press: New York/London, 1981

H. Bethge, J. HeydenreichElektronenmikroskopie in der FestkörperphysikVEB Deutscher Verlag der Wissenschaften: Berlin, 1982

L. Reimer Scanning electron microscopy Springer Verlag: Berlin/Heidelberg/New York, 1985

D.J. O'Connor, B.A.Sexton, R.St.C. Smart Surface analysis methods in materials science Springer Verlag: Berlin/Heidelberg/New York, 1992

P.F. Schmidt u.a. Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse expert-Verlag: Remingen, 1994

D.B. Williams, J.I. Goldstein, D.E. Newbury X-Ray spectrometry in electron beam instruments Plenum Press: New York/London, 1995

S.J.B. Reed Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy University Press, Cambridge: 1996

Kurze Einführung:

Wird ein Festkörper mit Elektronen hinreichend großer Energie bestrahlt, finden eine Reihe von Wechselwirkungsprozessen statt.



Mit geeigneten Detektionssystemen ist es möglich, die Intensität aller dieser entstehenden Signale zu registrieren, sie entsprechend elektronisch weiter zu verarbeiten und zur Bilderzeugung in einem Rasterelektronenmikroskop/Elektronenstrahlmikroanalysator auszunutzen. Vom grundsätzlichen Aufbau her sind beide Geräte gleich; der Name weist lediglich darauf hin, für welche Aufgabe das entsprechenden System konstruktiv optimiert ist.

Das elektronenoptische System dient im **Rasterelektronenmikroskop** ausschließlich der Signalerzeugung. Der Bildaufbau erfolgt auf rein elektronischem Weg. Dazu werden der Elektronenstrahl auf der Probe und der Schreibstrahl der Bildröhre synchron gesteuert und die Helligkeit des letzteren mit der Intensität des jeweiligen Meßsignals moduliert. Die Hauptelemente des Rasterelektronenmikroskops sind:

- Elektronenquelle (Wolframhaarnadelkathode, LaB₆-Spitzenkathode, kalte oder thermische Feldemission)
- Beschleunigungssystem
- Kondensorlinse(n) zur Formung des Elektronenstrahls

- Objektivlinse mit Rastereinheit und Stigmator zur Minimierung von Abbildungsfehlern

- Detektionssysteme für unterschiedliche Signale



Die Skizze zeigt schematisch den Aufbau eines konventionellen Rasterelektronenmikroskops. Im Bereich des Elektronenstrahlers herrscht ein Druck zwischen $p \le 10^{-5}$ hPa (für W-Kathoden) und $p \le 10^{-9}$ hPa (für Feldemissionskathoden). Im Falle des konventionellen Rasterelektronenmikroskops wird die Probenkammer ebenfalls auf $p \le 10^{-5}$ hPa evakuiert. Neuere Entwicklungen (Environmental Scanning Electron Microscope - ESEM, Variable Pressure Geräte - VP Geräte) machen ein Arbeiten bei "hohen" Drücken bis etwa 30 hPa möglich.

Die verschiedenen **Abbildungsmodi im Rasterelektronenmikroskop** nutzen die unterschiedlichen Signale aus und liefern dementsprechende spezifische Aussagen über das zu untersuchende Material:

- <u>Sekundärelektronen</u> (E < 50 eV)
 Objekttopographie, elektrische und magnetische Potentialfeldverteilungen,
 Kristallorientierungen, (Aufladungen, Kontamination) Informationstiefe ≤ 50 nm
- $\begin{array}{ll} & \underline{R\"uckstreuelektronen} \ (50 \ eV \leq E \leq E_0; \quad E_0: \ Energie \ der \ Primärelektronen) \\ & Materialkontrast \ (Ordnungszahlunterschiede), \ Kristallorientierungen, magnetische \end{array}$

Feldverteilungen (Domänenkontrast) - Informationstiefe: einige 100 nm

- <u>Absorbierte Elektronen</u>
 Materialkontrast, von Objektmorphologie nahezu unabhängig, Feldverteilungen
- <u>Auger-Elektronen</u> Elementanalyse und -verteilungen; Informationstiefe < 1 nm
- <u>Charakteristische Röntgenstrahlung</u>
 qualitative und quantitative Elementverteilungen Informationstiefe: bis einige μm
- <u>Lichtquanten</u>
 Rekombinationsprozesse an lumineszenzfähigen Materialien, Dotierungsverteilungen, Kristalldefekte (laterale Auflösung < 0,1 μm)
- <u>Elektronenstrahlinduzierte Leitfähigkeit (EBIC)</u>
 Ausdehnung von pn- und Halbleiter-Metall-Übergängen, nichtstrahlende
 Rekombinationseigenschaften in Halbleitern: speziell an Gitterdefekten und makroskopischen Inhomogenitäten



Als **Elektronendetektoren** stehen am Rasterelektronenmikroskop DSM 940A (Zeiss) im Institut für Glaschemie ein Szintillationsdetektor für Sekundär- und Rückstreuelektronen sowie ein Halbleiterdetektor für Rückstreuelektronen zur Verfügung.

Für die Interpretation der erhaltenen Elektronenbilder ist die Kenntnis der unterschiedlichen Kontrast erzeugenden Mechanismen erforderlich (η = Elektronenausbeute):

$$\begin{split} \eta &= f(Z) \Rightarrow \textbf{Materialkontrast} \\ \eta &= f(\alpha) \Rightarrow \textbf{Topographiekontrast} \\ \eta &= f(\langle Strahl, Netzebenen \rangle \Rightarrow \textbf{Orientierungskontrast} \\ \eta &= f(\vec{B}) \Rightarrow \textbf{magnetischer Kontrast} \\ \eta &= f(U) \Rightarrow \textbf{Potentialkontrast} \end{split}$$

Die mit dem DSM 940A mit W-Kathode prinzipiell erreichbare laterale Auflösung beträgt bei der Abbildung mit Sekundärelektronen 4,5 nm; mit Rückstreuelektronen 10 nm.

Mit Hilfe des **Lumineszenzdetektors** (SEV) können im Wellenlängenbereich zwischen 200 und 900 nm emitierte Lichtquanten detektiert werden. Die laterale Auflösung der Abbildung liegt in diesem Modus im µm-Bereich.

Die **Elektronenstrahlmikroanalyse** (sowohl EDX als auch WDX) dient der qualitativen und quantitativen Bestimmung von Elementkonzentrationen in Mikro<u>volumina</u> (einige μ m³) an Festkörpern (keine Mikro<u>konzentrationen</u>). Infolge des kleinen untersuchten Volumens ist sie zum Nachweis geringer absoluter Stoffmengen ($\geq 10^{-15}$ g) geeignet; sie ist jedoch keine Methode zur Bestimmung von Spurenkonzentrationen (rel. Nachweisempfindlichkeit $\geq 0,01\%$).

Verfahren	absolute Nachweisgrenze [g]	relative Nachweisgrenze [µg/g = ppm]
Chemische Analyse	10-5	10
Opt. Emissionsspektralanalyse	10-6	100
Röntgenfluoreszenzanalyse	10-6	1
Massenspektrometrie	10-11	1
Neutronenaktivierungsanalyse	10-12	10-6
Atomabsorptionsspektroskopie	10-13	1
Elektronenstrahlmikroanalyse	10-15	100

Tabelle: Nachweisgrenzen verschiedener Analysenverfahren

Röntgenspektren bestehen aus dem kontinuierlichen Bremsstrahlungsuntergrund und den für jede Atomsorte spezifischen charakteristischen Linien (K-, L- M- usw. Serien).



Schematische Darstellung der Röntgenemission (links) und des Termschemas zur Bezeichnung der Röntgenspektrallinien (rechts)

Bei der *wellenlängendispersiven Röntgenmikroanalyse* erfolgt die Zerlegung der von der Probe emittierten Röntgenstrahlung entsprechend der Bragg'schen Beziehung

$$\mathbf{n} \cdot \boldsymbol{\lambda} = 2 \cdot \mathbf{d} \cdot \sin \vartheta$$

durch Reflexion an geeigneten Monochromatorkristallen (im vorhandenen Gerät: LiF, PET, TAP, LSM80).

Tabelle: Häufig verwendete Monochromator-Kristalle in WDX-Spektrometern:

Name	Symbol	2d[Å]	λ-Bereich [Å]	Strahlung
Lithiumfluorid	LiF	4,0276	1,1436-3,7202	Kα: Ca-As
				La: Sn-Bi
				Μα: -
Pentaerithrytol	PET	8,742	2,4827-8,0765	Kα: Si- V
				La: Kr-Ce
				Ma:Lu-Pu
Thalliumacidphtalat	ТАР	25,75	7,3130-23,789	Kα: O-Al
				La: Cr-Rb
				Mα:La-Hf

Layered synthetic microstructure	LSM60	~60	~17,040- ~55,433	Kα: C- F Lα: Fe-Ca Mα: -
Layered synthetic microstructure	LSM80	~78	~22,152- ~72,063	Kα: B-O Lα: V-Ca Mα: -
Layered synthetic microstructure	LSM200	~197	~55,949- ~182,00	Kα: Be- B Lα: - Mα: -
Lead Octadeconat	LOD	100,33	28,494-92,693	Kα: B- O Lα: Ca-Sc Mα: -



Schematische Darstellung eines wellenlängendispersiven Röntgenspektrometers in Johansongeometrie für 3 verschiedene Winkel ϑ

Zur Registrierung der Strahlung werden ein gasdurchflossenes (CH_4 : Ar = 10:90) und ein gasgefülltes geschlossenes Proportionalzählrohr verwendet. Die Aufnahme der Spektren erfolgt sequentiell für die einzelnen charakteristischen Röntgenspektrallinien.

Kernstück eines *energiedispersiven Elektronenstrahlmikroanalysators* ist ein Si-Einkristall, in dem durch eindiffundiertes Li ein p-i-n-Übergang erzeugt wurde (Si(Li)-Detektor). Die einfallenden und in der eigenleitenden Zone absorbierten Röntgenquanten erzeugen dort eine ihrer Energie proportionale Zahl von Elektron-Loch-Paaren. Diese werden in einem elektrischen Feld gesammelt und einem Verstärker zugeführt. Durch geeignete Nachverstärkung werden daraus Spannungsimpulse, die in einem Vielkanalanlysator registriert und gezählt werden können. Der Detektorkristall und der erste Vorverstärker werden permanent auf der Temperatur des flüssigen Stickstoffs gehalten und müssen deshalb durch ein geeignetes Fenster (vakuumdicht, lichtdicht, elektrisch leitfähig) gegenüber der Mikroskopsäule abgesperrt werden. Im vorhanden REM kann zwischen einem 7,5 µm dicken Be-Fenster und einer organischen Folie (<u>u</u>ltra<u>t</u>hin <u>w</u>indow - UTW) gewählt werden. Die Aufzeichnung der verschiedenen Röntgenspektrallinien erfolgt simultan.



Schema eines EDX-Detektors

Beide Meßverfahren (energiedispersive und wellenlängendispersive Analyse) haben sowohl Vor- als auch Nachteile und werden deshalb parallel am gleichen REM genutzt.

	EDX	WDX
Anforderungen an die Probenpräparation	gering	hoch
Strahlstrom	10 ⁻¹⁰ bis 10 ⁻¹² A	10 ⁻⁷ bis 10 ⁻⁹ A
Probenbelastung	gering	hoch
Signal/Rausch-Verhältnis (P/B)	~ 100	~ 1000
Meßzeit	~ 200 s/Spektrum	~ 200 s/Element
Energieauflösung (bei 5,9 keV)	134 eV	~ 10 eV
Nachweisgrenze	etwa 0,1 %	etwa 0,01 %
"ultraleichte" Elemente	problematisch	gut

 Tabelle: Gegenüberstellung von energiedispersiver und wellenlängendispersiver

 Elektronenstrahlmikroanalyse

Die Auswertung der Röntgenspektren ermöglicht die Identifizierung einzelner Elemente anhand ihrer charakteristischen Strahlung und deren Quantifizierung in den untersuchten Volumina.

Prinzip der quantitativen ESMA:

allg. Annahme:

I ~ **c**

- I Intensität der gemessenen Röntgenstrahlung
- c Konzentration des entsprechenden Elementes

für Element i = 1, ..., j gilt dann:

$$\frac{c_{P}^{i}}{c_{S}^{i}} = \frac{I_{P}^{i}}{I_{S}^{i}} \cdot k^{i}$$

 $\mathbf{k}^{i} = \mathbf{f} \left(\mathbf{c}_{P}^{1}, \dots, \mathbf{c}_{P}^{j}, \mathbf{c}_{S}^{1}, \dots, \mathbf{c}_{S}^{j} \right)$

mit S: Standard P: Probe

Unter gleichen Anregungsbedingungen (Primärenergie der Elektronen, Strahlstrom = Anzahl der anregenden Elektronen) werden abhängig von der Zusammensetzung der zu untersuchenden Proben unterschiedliche Intensitäten I für die verschiedenen charakteristischen Röntgenspektrallinien gemessen.

Für eine quantitative Auswertung sind deshalb die gemessenen Intensitäten (Zählraten) bezüglich der folgenden Probeneinflüsse zu korrigieren:

- Reflexion und Energieabnahme der Elektronen entlang ihrer Bahnen ist matrix(ordnungszahl)abhängig ⇒ Z-Korrektur
- Die Tiefenverteilung der generierten Röntgenstrahlung läßt sich durch eine Funktion φ(ρz) beschreiben. Die emittierten Röntgenquanten werden auf dem Weg zur Probenoberfläche absorbiert ⇒ Absorptionskorrektur
- Anregung von charakteristischer und kontinuierlicher Fluoreszenzstrahlung in der Probe ⇒ <u>F</u>luoreszenzkorrektur

Aus diesen 3 Korrekturgrößen wird dann der ZAF-Korrekturfaktor berechnet

$$\Rightarrow$$
 kⁱ = (Z · A · F)ⁱ

Damit ergibt sich für die gesuchte Konzentration des Elementes i in der Probe

$$c_{P}^{i} = c_{S}^{i} \cdot \frac{I_{P}^{1}}{I_{S}^{i}} \cdot (ZAF)^{i}$$

÷

2

Die Lösung erfolgt iterativ

$$\left(c_{P}^{i}\right)_{n+1} = c_{S}^{i} \cdot \frac{I_{P}^{i}}{I_{S}^{i}} (ZAF)_{n}^{i}$$

Der Abbruch erfolgt bei

$$\frac{\left(\left(\mathbf{c}_{P}^{\;i}\right)_{n+1}-\left(\mathbf{c}_{P}^{\;i}\right)_{n}\right)}{\left(\mathbf{c}_{P}^{\;i}\right)}\leq\delta$$

Eine exakte Lösung dieser Aufgabe setzt die genaue Kenntnis aller physikalischen Einflußgrößen und deren exakte Beschreibung durch geeignete Meßwerte und Rechenmodelle voraus. Die wichtigsten unter diesen Größen sind die Tiefenverteilungsfunktion der Röntgenanregung $\Phi(\rho,z)$ und die Massenschwächungskoeffizienten μ/ρ . Näherungsrechnungen nutzen unterschiedliche Modelle zur Beschreibung dieser Größen und sind deshalb jeweils nur in einem begrenzten Anwendungsbereich einsetzbar.

Vorhandene Auswertealgorithmen am eXL10 (EDX):

("pseudo-standardlos", da Verwendung von im System gespeicherten Standardprofilen)

- <u>ZAF4:</u>

"Universal"programm für quantitative Analysen von polierten Proben, nutzbar mit virtuellen und/oder temporären Standards, beste Ergebnisse im Bereich mittlerer Ordnungszahlen bei Elektronenenergien von 20 keV.

- <u>Φρz:</u>

Für quantitative Analysen von polierten Proben (mit Tiefenverteilungsfunktion $\Phi(\rho \cdot z)$ für die Röntgenanregung nach Philibert), ungeeignet für gekippte Proben. Nutzbar mit virtuellen und/oder temporären Standards, beste Ergebnisse im Bereich niedriger Ordnungszahlen bei Elektronenenergien von 15 bis 20 keV

- ZAFPB:

Für quantitative Analysen von unpolierten Proben, besonders geeignet für biologische Proben. Es wird das **p**eak/**b**ackground-Verhältnis als Informationsquelle genutzt, nutzbar mit virtuellen und/oder temporären Standards

- <u>TFOS:</u>

Für quantitative Analysen von dünnen Schichten auf einem Substrat (thin film on substrate),
Zusammensetzung und Dicke der Schicht können berechnet werden.
Voraussetzung: Schicht ist dünn im Sinne der Elektronenstrahlmikroanalyse

Auswertealgorithmus am Microspec 3PC (WDX):

(generell <u>nur mit Standards</u> nutzbar)

- <u>ZAF:</u>

"klassische" ZAF-Korrektur

- <u>Φρz:</u>

enthält die Tiefenverteilungsfunktion für die Röntgenanregung nach Philibert

- Quadrilateral:

vereinfachter Ansatz für $\Phi(\rho,z)$

Für den Fehler der quantitativen Analysen läßt sich keine pauschale Größe angeben; da sowohl die Statistik bei der Registrierung und Verarbeitung der Röntgenspektren als auch die Detektorparameter und die Genauigkeit der bei der Spektrenauswertung verwendeten experimentellen Atomdaten wie Massenschwächungskoeffizienten usw. den Analysenfehler beeinflussen. Rein empirische Schätzwerte sind in der folgenden Tabelle aufgelistet.

Gehalt in der Probe (in Masse -%)	ungefährer relativer Fehler (in %)
10 - 100	1 - 5
1 - 10	3 - 10
0,1 - 1	>10

Tabelle: Relativer Fehler der quantitativen ESMA kompakter, homogener, ebener Proben

Neben der Nachweisempfindlichkeit und der Analysengenauigkeit ist das räumliche Auflösungsvermögen der Elektronenstrahlmikroanalyse von entscheidender Bedeutung für den praktischen Einsatz der Methode.

Mit Hilfe der Beziehung

 $R_z = 0.033 (E_o^{1.7} - E_C^{1.7}) \cdot A/(\rho \cdot Z)$

mit

 $\begin{array}{l} R_z \ \text{Eindringtiefe der Elektronen (in \ \mu m) bis zur Abnahme der Energie auf } E_C \\ E_o \ \text{Primärenergie der Elektronen (in \ keV)} \\ E_C \ \text{kritische Anregungsenergie (in \ keV)} \\ \text{A relative Atommasse} \\ \rho \ \text{Dichte der Matrix (in \ g/cm^3)} \\ \text{Z mit den Elementkonzentrationen gewichtetes Mittel der Ordnungszahlen} \end{array}$

läßt sich die Elektronenreichweite in einem Festkörper abschätzen. Der Durchmesser R_x der sog. "Anregungsbirne"ergibt sich dann etwa zu

$$\mathbf{R}_{\mathbf{x}} \approx \mathbf{1,6} \ \mathbf{R}_{\mathbf{z}}$$

<u>Beispielwerte für ein 15Na₂O-85SiO₂-Glas (E₀=15 keV):</u>

Element	Röntgenlinie	E _c [keV]	$R_{z}[\mu m]$	R _x [µm]
0	K _α	0,532	2,9	4,6
Na	Κα	1,072	2,9	4,6
Si	Κ _α	1,84	2,8	4,5
Fe	Κ _α	7,111	2,1	3,4
Pb	L _a	13,041	0,6	1,0

In Vorbereitung auf das Praktikum mit Hilfe der Literatur zu erarbeitende Fragen:

 Welche Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Festkörpern werden im Rasterelektronenmikroskop/Mikroanalysator zur Bilderzeugung ausgenutzt? (Aufzählung reicht)

2) Geben Sie eine physikalische Erklärung für die Tatsache, daß sich Elektronen fokussieren lassen. Welche Art Linsen verwendet man? Welchen ungefähren Durchmesser hat der Elektronenstrahl auf der Probenoberfläche, wenn der Strahlstrom im REM für beste Abbildungseigenschaften optimiert ist?

3) Aus welchen Anteilen besteht ein Röntgenemissionsspektrum (wie entstehen diese) und was bedeuten die lateinischen und griechischen Buchstaben zur Bezeichnung der einzelnen Spektrallinien?

4) Wie hoch ist die eingestrahlte elektrische Leistungsdichte auf der Probe für typische Meßparameter bei
EDX (20 kV, 0.5 nA, 25 nm Strahldurchmesser auf der Probe) und
WDX (20 kV, 100 nA, 40 nm Strahldurchmesser auf der Probe)?

5) Welche Detektoren werden in unserem REM für Elektronen (SE und BSE), Röntgenstrahlung und Lichtquanten eingesetzt?

6) Elektrisch nicht leitende Materialien werden vor der Untersuchung im konventionellen REM mit einem leitfähigen Material beschichtet - üblicherweise mit Gold, wenn ausschließlich die Abbildung mit SE/BSE vorgesehen ist und mit C, wenn außerdem EDX/WDX-Analytik durchgeführt werden soll. Wann wird welches Material bevorzugt und warum?

Warum ist diese Beschichtung im "environmental = high pressure" REM nicht notwendig

7) Welches der beiden Röntgenmikroanalyseverfahren muß zur eindeutigen
 Peakidentifizierung eingesetzt werden, wenn ein zu untersuchendes glaskeramisches Material
 möglicherweise gleichzeitig P und Zr enthalten könnte? Standardmäßig werden in unserem
 Meßsystem 20 keV-Elektronen verwendet. Wie ändert sich die Aussage für
 Elektronenenergien ≥25 keV?

Treffen Sie Ihre Aussage anhand der Tabellenwerte für die Linienenergien/-wellenlängen.

8) Welche laterale Auflösung läßt sich für die Abbildung mit SE und BSE, sowie für die Elektronenstrahlmikroanalyse mit dem REM im Otto-Schott-Institut erzielen?

Ablauf Praktikum REM/ESMA:

Proben einschleusen:

- Boracit-Kristalle (für Abbildungsmodus, Vergrößerungsvariation und Tiefenschärfe)
- Stahlprobe (für EDX und WDX)
- unbedampfte Glasprobe (für Einfluß der Aufdampfschicht)

Präparieren:

- Proben Saalesediment auf Leit-Tabs aufkleben
 - 1. mit Gold besputtern
 - 2. mit C bedampfen

- eingebettetes korrodiertes Glas (Kirchenfensterprobe) mit C bedampfen für EDX-Analyse des Glases und der Korrosionsschicht

Demonstration der Hauptfunktionen des REM:

- Aufbau der Mikroskopsäule:
 - Kathode

Wehnelt-Elektrode (Bias)

Anode

Zweistufiger Kondensor (mit festen mechanischen Blenden)

Objektivlinse mit Rastereinheit

variable Objektivblende

Detektionssysteme

zweistufiges Vakuumsystem (Drehschieberpumpe, Turbomolekularpumpe)

- Bedeutung des Arbeitsabstandes

Analytik: 25 mm

Euzentrische Höhe: 15 mm

Hochauflösungsabstand: 6 mm

- Vergrößerung

minimal: 6 bis 10-fach (je nach Arbeitsabstand)

maximal :etwa 100 000-fach (bei geeignetem Objekt!)

- Scangeschwindigkeiten

TV: besonders geeignet zum Durchmustern von Objekten

Slow 1 bis 3: Bild wird kontinuierlich immer wieder neu geschrieben

Slow 4 bis 8: Bild wird einmal geschrieben und gespeichert, scan wechselt am Ende des Schreibvorgangs in den TV-Modus - Kondensor

regelt Strom und Strahldurchmesser - Einstellung ist abhängig von der Aufgabenstellung

- Aperturblenden

Einstellung von Strom und Strahldurchmesser (aktuell: 40 µm, 70 µm, 120 µm, 1000 µm)

- Elektronendetektoren

Se(+): Elektronen werden zum SEV durch positive Spannung beschleunigt - hauptsächlich SE tragen zum Bild bei → (Bild aufnehmen)
BSE(-): Elektronen geringer Energie (SE) können den Detektor wegen der negativen
Spannung am Steuergitter vor dem SEV nicht erreichen - hauptsächlich BSE tragen zum
Bild bei (Richtungsabhängigkeit - Topographiekontrast) → (Bild aufnehmen)
BSE: Halbleiterdetektor (YAG) direkt unter dem Objektivpolschuh angeordnet, d.h.
senkrecht über der Probe (nur BSE erzeugen das Bild, hauptsächlich Materialkontrast)
→(Bild aufnehmen)

- KL-Detektor (zur Zeit nicht funktionsfähig)
- Bildschirmfunktionen
 - Split screen: verschiedene Signale oder Ausschnittsvergrößerung
 - Scan rotation: elektronische Drehung des Bildes
 - line scan: Intensität des aktuell registrierten Signals entlang einer vorgegebenen Linie
 - Bildschirmbeschriftung: CTRL-T (bei Bedarf kann der ganze Bildschirm voll geschrieben werden)

Textleistenbeschriftung: CTRL-U (2 Zeilen zu je 7 Zeichen)

Diese Funktionen werden nur noch im Falle der photopraphischen Bildregistrierung

verwendet

- Funktionstasten (F1 bis F20): sind beschriftet

Bedeutung der Aufdampfschicht (unbeschichtete Glasprobe):

erst mit Beschleunigungsspannung U=30 kV und hohem Strom abbilden →(Bild aufnehmen), dann Spannung schrittweise verringern bis Spiegelung der Elektronen durch Oberflächenaufladung auftritt (etwa ab 5 kV nach unten) → (Bild aufnehmen)

Demonstration zur Analytik an der Stahlprobe:

- qualitative Flächenanalyse (EDX) ➤ Spektrum drucken

- qualitative Punktanalysen (EDX) von Matrix, "grauer" Phase und "schwarzer" ➤ Spektren

drucken

- Identifizierung des Peaks bei etwa 2,3 keV mittels WDX ($S_{K\alpha}$, $Mo_{L\alpha}$, $Tl_{M\alpha}$ oder $Pb_{M\alpha}$?) \Rightarrow Spektrum drucken

- Trennung von $Mn_{\kappa\beta}$ und $Fe_{\kappa\alpha}$ mittels WDX \rightarrow Spektrum drucken falls es die Zeit hergibt:

- Qualitatives EDX-mapping für $Mn_{\kappa\alpha}$, $Fe_{\kappa\beta}$, $Si_{\kappa\alpha}$, $S_{\kappa\alpha}$ und $O_{\kappa\alpha}$

Aufgaben:

Probenwechsel zu Saalesediment und/oder Kirchenfenster (Co-Standard nicht vergessen)

- Gegenüberstellung von C- und Au-beschichteter Probe Bildhelligkeit! →Bild drucken
- Auswahl eines beliebigen Korns ➤ (Bild aufnehmen) und qualitative Analyse mit Be-Fenster und ultradünnem Fenster ➤ Spektren drucken
- Qualitative Analyse des Glases incl. Korrosionsschicht mit ultradünnem Fenster ➤ Bild aufnehmen und Spektren drucken
- evtl.: Qualitativer EDX-line scan über die Korrosionsschicht ➤ Bild aufnehmen
- Quantitative Analysen des Grundglases und der korrodierten Bereiche (20 kV, Be-Fenster,
- Sauerstoff als Oxid, etwa 2000 cps)
- Vergleich mit WDX

Bedienkonsole des Rasterelektronenmikroskops DSM 940A

Das Gerät wird über die Konsole bedient und ist so konzipiert, daß ein sitzender Benutzer alle Bedieneinheiten leicht erreichen kann. Die Anordnung ist nach ergonomischen Gesichtspunkten getroffen worden, so daß ermüdungsfreies Arbeiten gewährleistet ist. Folgende Gruppen sind direkt über der Tischplatte zu finden:

- (1) Wahl der Signalquelle
- (2) Vergrößerungseinstellung
- (3) Helligkeits- und Kontrasteinstellung
- (4) Rasterarten einschließlich Fotografie
- (5) Sondeneinstellung
- (6) Fokuseinstellung
- (7) Feinverschiebung des Bildfeldes
- (8) Stigmatoreinstellung
- (9) Fokuswobbler zur Blendenjustierung
- (10) Hochspannungseinstellung
- (11) Kathodeneinstellung
- (12) Strahlzentrierung und Strahlprofilabbildung zur korrekten Einstellung des Strahlerzeugers
- (13) Hauptschalter und Resettaste
- (14) Warnlampe für Wasserausfall
- (15) Vergrößerungsanzeige
- (16) Pegelanzeige für Helligkeit und Kontrast
- (17) Anzeige des Arbeitsabstandes
- (18) Anzeige der eingestellten Hochspannung
 (19) Anzeige des Emissionsstromes oder des
- Heizstroms der Kathode
- (20) Umschalt-Taste für (19)
- (21) Umschalter von Sekundärelektronen- auf Rückstreuelektronenbetrieb des SE-Detektors

- (22) Potentiometer zur Einstellung der Kollektorspannung (0 - 400 V)
- (23) Gamma-Wahlschalter für nichtlineare Kontrastdarstellung
- (24) Wahltasten für Y-Modulation für Bild und Zeile, Zeilen-und Punktbetrieb
- (25) Einstellpotentiometer für Zeilen- und Punktmarke,variables Raster, Lage des Vergrößerungsfeldes bei Doppelvergrößerung usw.
- (26) Einstellpotentiometer für die Größe des variablen reduzierten Rasters
- (27) Schalttaste für Split Screen
- (28) Schalttaste für Doppelvergrößerung
- (29) Anzeige des Nachvergrößerungsfaktors
- (30) Schalttaste für Rasterrotation
- (31) Richtungstasten für Rasterrotation
- (32) Anzeige des Drehwinkels
- (33) Schalttaste für Kippkorrektur
- (34) Einstellpotentiometer für Kippkorrektur
- (35) Schalttaste für dynamische Fokuskorrektur
- (36) Einstellpotentiometer für dynamische Fokuskorrektur

Der Sichtschirm befindet sich in Augenhöhe des Benutzers in der Mitte der Konsole

Auf dem Datenfeld am rechten Bildrand werden die bildrelevanten Daten angegeben:

- (37) Hochspannung
- (38) Arbeitsabstand
- (39) Vergrößerung
- (40) μ-Strich mit Škalierungsfaktor
- (41) Koordinaten der motorisierten Präparattischachsen
- (42) Kommunikationsfeld Tischmotorisierung
- (43) Kommunikationsfeld Sonderfunktionen
- (44) Photonummer
- (45) 2 Textzeilen
- (46) Logo

Der linke Konsolenraum ist für Zusätze bestimmt.





Hinweise zur Erstellung des Protokolls:

Der Kopf eines Protokolls sollte enthalten:

- Bezeichnung des durchgeführten Versuches
- Namen und Fachrichtung der Autoren
- Tag der Versuchsdurchführung

Im Interesse der Lesbarkeit sind die Protokolle mit dem Computer zu schreiben. Sie sollen keine Kurzfassung des hier vorhergehenden Textes sein. Wenige Sätze zum Grundprinzip von REM und ESMA reichen aus.

Hauptpunkt muß die Interpretation der vorliegenden Bilder und Spektren sein.

Bilder vom Videoprinter und die Röntgenspektren stehen leider nicht in digitaler Form zur Verfügung. Bitte aufkleben oder scannen, damit sie nicht verloren gehen.

Die im vorhergehenden Text gestellten Fragen sind kurz zu beantworten.

Datentransfer:

Die während des Praktikums anfallende **Datenmenge** kann **10 MB** oder mehr erreichen. Bitte **denken Sie vorher** darüber nach, wie Sie diese Daten übernehmen können. Kostenlose email-Provider lassen oft die Übermittlung derartiger Datenmengen nicht zu. Für jeden Studenten besteht die (ebenfalls kostenlose) Möglichkeit, sich beim Rechenzentrum einen Account zu holen und dort die Daten zu speichern (Übermittlung als attached file an einer email oder mit SSH).

USB-Anschluß und ZIP-Laufwerk (250 MB) stehen außerdem zur Verfügung und können genutzt werden, wenn Sie die entsprechenden Datenträger mitbringen.