

# Grundlagenschwerpunkt für Materialwissenschaften Göttingen Abbildende Methoden I

Guido Schmitz  
Institut für Materialphysik, Hospitalstr. 3-7, 37073 Göttingen  
*guido@umpa03.gwdg.de*

26. April 2001

## 1 Abbildende Methoden in der Materialphysik

Durch die Festlegung der atomaren Komponenten und des fundamentalen Gitteraufbaus sind die Anwendungseigenschaften eines Materials in den seltensten Fällen festgelegt. Vielmehr werden die Eigenschaften (mechanische Festigkeit, elektr. Leitfähigkeit, Lumineszenz, magnetische Hysterese, ...) wesentlich bestimmt durch die inneren Kristallbaufehler, die in ihrer Gesamtheit die sogenannte Mikrostruktur eines Materials definieren. Die Kontrolle und der gezielte Einbau dieser Fehler ist die wesentliche Methode des Materialdesigns. Während zur Bestimmung der Kristallstruktur die Anwendung von Streumethoden in der Regel ausreicht, müssen zur direkten Untersuchung der Mikrostruktur vielfältige Abbildungsmethoden eingesetzt werden. In dieser Vorlesung werden wir solche Abbildungsmethoden diskutieren, sie gegenüber Streumethoden abgrenzen und am Beispiel der Raster- und Transmissions-Elektronenmikroskopie erläutern. In zwei weiteren Vorlesungen (Abbildende Methoden II und III) werden dann als 'state of the art' die sogenannte hochauflösende Elektronenmikroskopie und die Rastersondenmikroskopie, die sich besonders für die Untersuchung von Oberflächen eignet, besprochen.

Seit ihrer Einführung durch E. Ruska (1931) wurde die Elektronenmikroskopie ständig fortentwickelt, um räumliche Auflösung oder Kontrast zu verbessern, und um spezielle Analyseverfahren erweitert, die die inelastische Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe ausnutzen. Sie gehört ohne Übertreibung zum Standardrepertoire eines materialwissenschaftlichen Labors. Abb. 1 zeigt einen Querschnitt durch die Speicherzelle eines kommerziellen Speicherbausteins in einer Transmissionselektronenmikroskopie. Aktuelle Mikroskope erreichen heute eine räumliche Auflösung von 1Å. Damit ist es also durchaus möglich die Gitterstruktur von kristallinen Proben abzubilden, wie Abb. 2 demonstriert. Die Abbildung zeigt den Querschnitt durch einen Feldeffekttransistor bestehend aus einem kristallinen Si Substrat, einer amorphen Oxidschicht und einer polykristallinen Elektrode. Die gezeigten Abbildungen sind wesentliche Hilfen bei der Qualitätskontrolle und Fehleranalyse, wie die drei vergrößerten Detailabbildungen in Abb. 1 andeuten. Deshalb ist heutzutage in jedem grösseren Industrielabor die eine oder andere Methode der Elektronenmikroskopie vertreten. Eine dominierende Rolle spielt hier die Rasterelektronenmikroskopie, da sie nur einen vergleichsweise geringen Präparationsaufwand erfordert; es können etwa Bruchstellen von schadhafte Bauteilen direkt ohne weitere Vorbereitung abgebildet werden. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeichnen sich durch eine grosse Schärfentiefe und durch Abschattungseffekte ähnlich einer optischen Abbildung aus (siehe Abb. 3). Die Bilder können deshalb

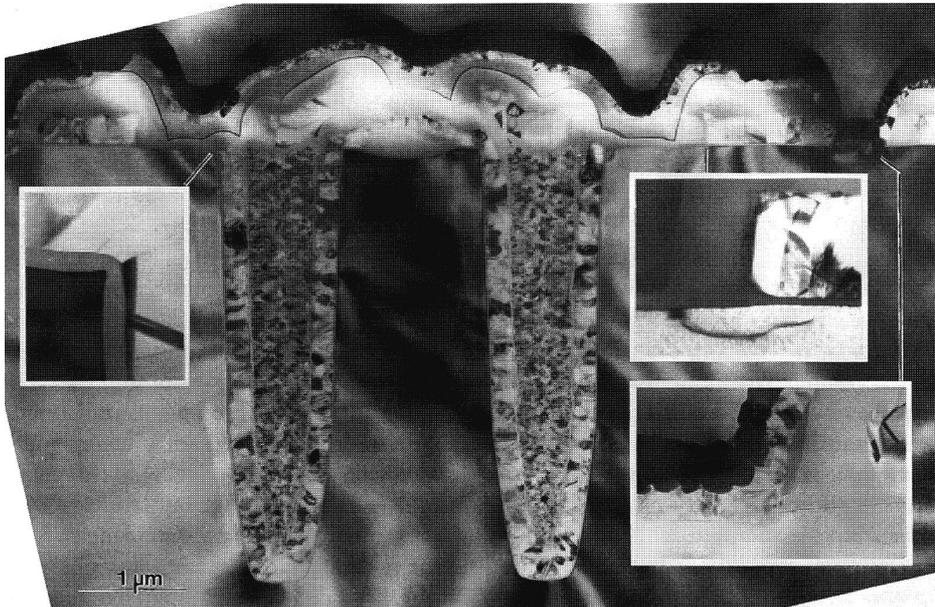


Abbildung 1:

sehr leicht intuitiv interpretiert werden. Um die Elektronenmikroskopie herum hat sich ein ganzer 'Zoo' von speziellen Abbildungs- und Analysenmethoden entwickelt. Vielfach werden für den Aussenstehenden kryptische Kürzel benutzt, um die verschiedenen Techniken zu bezeichnen. Die folgende Tabelle gibt davon einen (immer noch unvollständigen) Eindruck:

CBED	convergent beam electron diffraction
(C)TEM	conventional transmission electron microscopy
EDX	energy dispersive X-ray spectroscopy
EELS	electron energy loss spectroscopy
EFTEM	energy filtered transmission electron microscopy
HREM	high resolution electron microscopy
HVEM	high voltage electron microscopy
SEM	scanning electron microscopy
STEM	scanning transmission electron microscopy
XTEM	cross sectional electron microscopy

In dieser Vorlesung werden wir nur die gängigen Standardverfahren der konventionellen Transmissionmikroskopie (TEM) und der Rasterelektronenmikroskopie (SEM) diskutieren.

## 2 Definition einer Abbildung

Was ist eigentlich eine Abbildung? Unter eine Abbildung wollen wir wie in der Mathematik eine Zuordnung verstehen. Jedem Ort auf oder in der Probe ordnen wir den quantitativen Wert einer Eigenschaft (z.B. seine Reflektivität oder seine Transparenz) zu und erhalten so eine 'Kartierung' dieser Eigenschaft, die im folgenden als Bild bezeichnet werden soll. Die Zuordnung kann dabei durch einen direkten, physikalischen Abbildungsmechanismus erfolgen, wie etwa bei der optischen Abbildung mit Hilfe von Glaslinsen oder in einem indirektem Vorgang, bei dem die zu

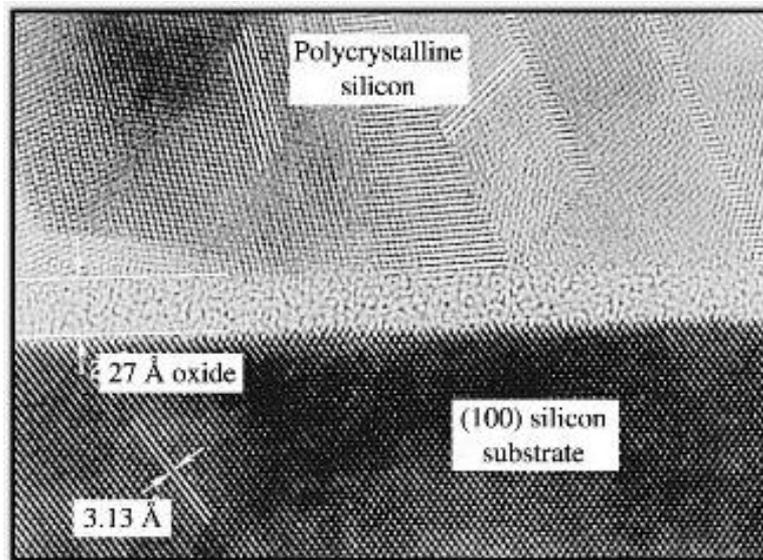


Abbildung 2:

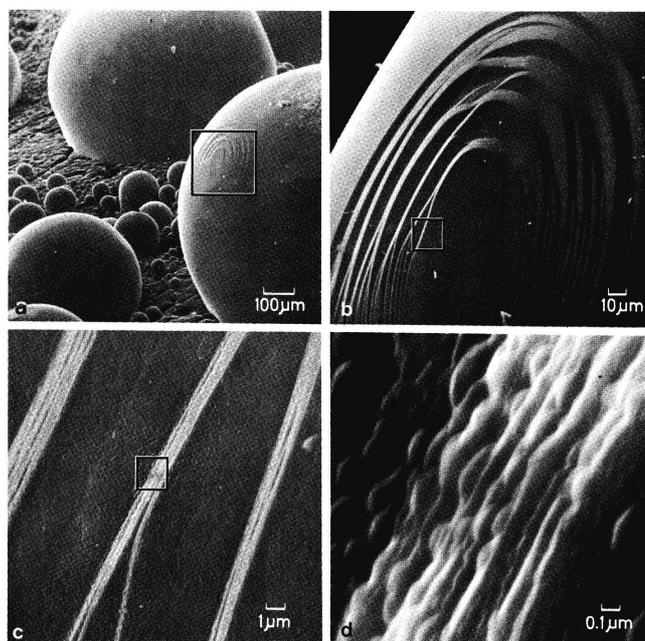


Fig. 1.2a-d. Example of a series of increasing magnification (spherical lead particles imaged in the SE mode)

Abbildung 3:

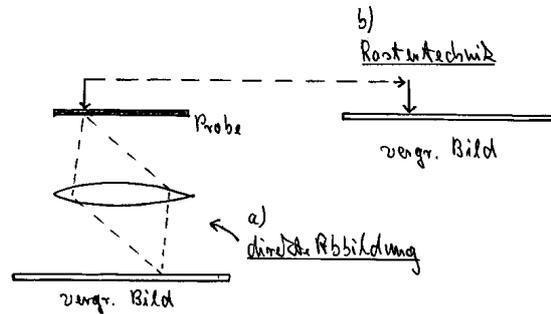


Abbildung 4:

ermittelnde Größe lokal mit einer feinen Sonde gemessen wird und dann von einer separierten Anzeigeeinheit in Form einer Karte aufgetragen wird (siehe Abb. 4). Bei der Elektronenmikroskopie werden beide diese Grundprinzipien verwirklicht. Das klassische Transmissionsmikroskop ist im wesentlichen so aufgebaut wie ein Lichtmikroskop. Eine komplizierte Folge von elektronenoptischen Linsen erlaubt die direkte Abbildung der Elektronenwelle an der Rückseite der Probe auf einen Bildschirm in einer Vergrößerung von typisch  $10^6$  fach. Im Rasterelektronenmikroskop hingegen dient ein feiner Elektronenstrahl als Sonde, die die Probenoberfläche abtastet. Die Reaktion der Probe auf diese Sonde (z.B. herausgelöste Sekundärelektronen oder Röntgenstrahlung) wird vermessen und mit einer Bildröhre als Grauwert aufgetragen. Dabei werden Sondenstrahl und Kathodenstrahl simultan durch geeignete Ablenkspulen über die Probe bzw. den Bildschirm geführt. Die Vergrößerung wird hier einfach durch die maximale Auslenkung des Kathodenstrahls relativ zu der des Sondenstrahls festgelegt und kann durch eine gezielte Ansteuerung der Ablenkspulen sehr einfach variiert werden.

### 3 Etwas Theorie: Elektronenwellen und Wellenoptik

Bei einer direkten Abbildung mit Hilfe von Linsen ist die räumliche Auflösung in etwa durch die Wellenlänge des verwendeten 'Lichtes' begrenzt, so dass die konventionelle, lichteoptische Mikroskopie bei räumlichen Strukturen von etwa  $1 \mu\text{m}$  ihre natürliche Grenze erreicht. Will man höhere Auflösungen erreichen, muss man auf andere Strahlung zurückgreifen. Die Elektronenwelle eignet sich dazu, da Elektronen leicht erzeugt werden können (etwa durch thermische Emission) und Linsen mit Hilfe von magnetischen oder elektrischen Feldern aufgebaut werden können. De Broglie schlug 1924 aufgrund von Analogieüberlegungen zum Photon vor, auch Elektronen einen Wellencharakter zuzuschreiben. In zahlreichen Experimenten und durch den theoretischen Rahmen der Quantenmechanik ist dieses Postulat glänzend bestätigt. Die Wellenlänge der Elektronenwelle wird dabei gegeben durch den Impuls der bewegten Elektronen

$$\lambda = h/p.$$

Die Umrechnung auf die kinetische Energie liefert uns

$$\lambda = hc\sqrt{2EE_0 + E^2}.$$

(Dabei müssen wir relativistische Einflüsse berücksichtigen, da die Geschwindigkeit der Elektronen in heutigen Mikroskopen durchaus in den Bereich der Lichtgeschwindigkeit kommt;  $E_0 = 511 \text{ keV}$  ist die Ruhenergie der Elektronen). Die Wellenlänge

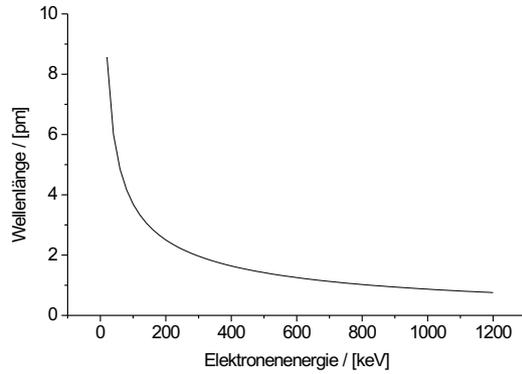


Abbildung 5:

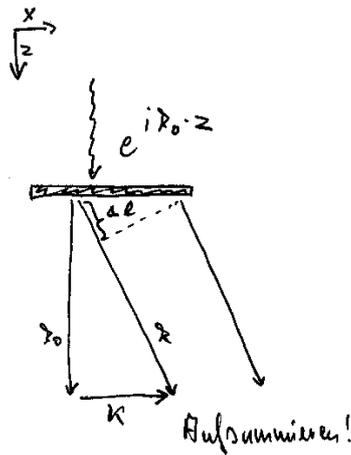


Abbildung 6:

der Elektronen ist in Abb. 5 aufgetragen. Für Elektronenenergien von  $10^5$  eV beträgt sie etwa 3-4 pm und liegt damit um bis zu 5 Größenordnungen unterhalb der von sichtbarem Licht.

Für die Abbildung wird die Probe mit einer ebenen Welle mit Wellenvektor  $k_0$  bestrahlt. Die Probe verändert diese Welle, was wir durch eine ortsabhängige Transmissionsfunktion  $t(x)$  beschreiben wollen. Es folgt für die Welle an der Probenrückseite

$$\phi(x) = t(x) \cdot e^{i k_0 z}. \quad (1)$$

In einem Beugungsexperiment betrachten wir die in eine Streurichtung  $\kappa = k - k_0$  (siehe Abb. 6) gestreute Intensität, die sich aus der phasenrichtigen Summation der Teilwellen an der Probenrückseite ergibt. Die Amplitude der gestreuten Welle ist also gegeben durch

$$\Phi(\kappa) = \int_{probe} e^{i \kappa \cdot x} \cdot t(x) e^{i k_0 z} dx. \quad (2)$$

Die Amplitude ist also nichts anderes als eine einfache Fouriertransformation der abzubildenden Probenmodulation  $t(x)$ . Warum können wir diese gestreute Welle nicht einfach in einer mathematischen Operation rücktransformieren und uns so

die Transmissionsfunktion, die ja die vollständige Information der Probe enthält in einer perfekten Abbildung rekonstruieren? Das Problem ist, dass die Amplitude der gestreuten Welle nicht messbar ist, sondern nur die Intensität der Welle, also das Betragsquadrat der Amplitude. Bei dieser Betragsbildung geht die direkte räumliche Information von  $t(x)$  verloren:

$$I(k) = \int \int e^{i\kappa(x-x')} t(x) t^*(x') dx dx' \quad (3)$$

$$= \int e^{i\kappa y} \left\{ \int t(x) t^*(x-y) dx \right\} dy \quad (4)$$

Es kann nur noch Information über räumliche Korrelationen, also etwa über bevorzugte Abstände zwischen Atomen, gewonnen werden, die ausreicht um die Struktur des Gitters festzulegen aber nicht um die Mikrostruktur eindeutig festzustellen. Um die vollständige Information über die Probe zu erhalten, muss die gestreute Wellenamplitude direkt ausgewertet werden, was durch den Einbau einer konvexen Linse geschehen kann. Auf diese Weise wird zunächst die unendlich entfernte Beugungsebene in die Brennebene der Linse verschoben, aber auch ein Bild der Probe erzeugt, das heisst die Wellenamplitude  $t(x)$  wird in einer Bildebene wieder hergestellt (allerdings mit umskalierter x-Achse, denn wir wollen ja ein vergrössertes Abbild). Die Wirkung einer idealen Linse muss folglich einer Fourierreücktransformation entsprechen. Die Amplitude in der Bildebene ergibt sich also mit

$$\phi_B(x) = \int_{-\infty}^{\infty} e^{i\kappa x} \Phi(\kappa) d\kappa \quad (5)$$

$$= t(x) e^{ik_0 z}. \quad (6)$$

Wenn jetzt in der Bildebene der Betrag gebildet wird, enthält dieser wieder die vollständige Information  $t(x)$ .

Auf diese Weise haben wir erstmals den Fourierformalismus der Wellenoptik kennengelernt, der bei der Besprechung der hochauflösenden Elektronenmikroskopie noch von Bedeutung sein wird. Die Ausbreitung der Welle und die Wirkung der Linsen wird durch einfache Fouriertransformation und Faltungsoperationen beschrieben. Mit Hilfe dieses Formalismus lässt sich z.B. sehr einfach die räumliche Auflösung eines optischen Abbildungsverfahrens diskutieren (siehe Abb. 7). In einem realen Mikroskop kann niemals die vollständige Beugungsebene erfasst, d. h. nicht alle Frequenzen von  $-\infty$  bis  $+\infty$  werden von der Linse erfasst, sondern nur ein begrenzter Ausschnitt, bestimmt durch die Öffnungsweite der Linse. Nehmen wir an, die Probe enthalte eine räumlich periodisch Anordnung, die wir durch eine einfache Sinuswelle beschreiben

$$t(x) = \sin(2\pi \cdot x/a) \quad (7)$$

so erhalten wir in der Beugungsebene ein Intensitätsmuster

$$\Phi(\kappa) = \int_{probe} e^{i\kappa x} \sin(2\pi x/a) e^{ik_0 z} dx. \quad (8)$$

. Die Integration über die beiden oszillierenden Funktionen in dieser Gleichung wird nur einen endlichen Wert ergeben wenn sich ihre Perioden entsprechen, ansonsten mitteln sich positive und negative Wert der Funktion heraus, d.h. wir erhalten in der Beugungsebene zwei Reflexe bei  $\kappa = \pm 2\pi/a$  bzw bei  $X_r = \pm 2\pi \cdot \lambda/a$ . Nur wenn die Apertur der Abbildungslinse diese beiden Reflexe erfasst können wir die Übertragung der periodischen Variation der Probe in das Bild erwarten. Mit Abbé formulieren wir:

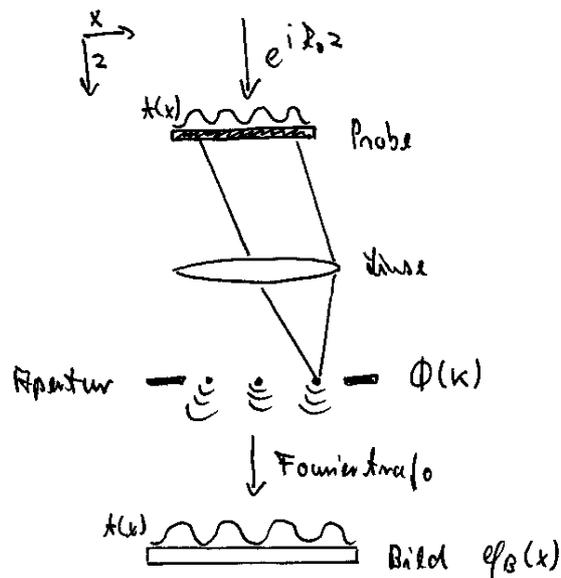


Abbildung 7:

Zur Abbildung einer periodischen Struktur muss mindestens deren Beugungsmaxima erster Ordnung durch das Abbildungssystem übertragen werden.

Bei fester Öffnungsweite (maxm. Beugungswinkel) des optischen Systems wird also mit der Reduzierung der Wellenlänge des 'Lichtes' proportional das Auflösungsvermögen verbessert. In der Praxis wird die Öffnungsweite von Elektronenlinsen durch unvermeidliche Linsenfehler weitmehr begrenzt als in der Lichtoptik. Die theoretisch mögliche Auflösungsgrenze von wenigen Picometern wird deshalb bei weitem nicht erreicht.

## 4 Durchstrahlungs-Mikroskopie (TEM)

Eine schematische Darstellung durch ein modernes Transmissions-Elektronenmikroskop ist in Abb. 8 gezeigt. Anstatt einer Elektronenquelle und einer einfachen Abbildungslinse ist ein solches Instrument ein kompliziertes System von magnetischen Linsen und Korrekturspulen. Die Beleuchtung besteht im einfachsten Fall aus einer Wolfram Glühkathode und einem zweilinsigen Kondensorsystem, das die Einstellung der Helligkeit und der Parallelität des Elektronenstrahls erlaubt. 'High-End'-Instrumente sind heute mit sogenannten Feldemissionskathoden ausgestattet, die die Elektronen aus einer sehr feinen Wolframspitze durch ein elektrisches Feld absaugen. Solche Elektronenquellen erreichen eine sehr hohe Elektronenintensität in einem scharf fokussiertem Punkt (hohe 'Brightness'). Es wird so eine sehr kohärente Beleuchtung in der konventionellen Abbildungsweise eine sehr scharfe Strahlsonde für die verschiedenen Rasterverfahren erreicht. In materialwissenschaftliche Untersuchungen werden Elektronenenergien oberhalb von 100 keV bevorzugt. In speziellen Fällen, zur Erreichung höchster Auflösungen oder zur Durchstrahlung von relativ dicken Proben werden sogenannte Hochspannungselektronenmikroskope mit einer Beschleunigungsspannung bis zu 1.3 MeV eingesetzt.

Die Proben werden in der Regel von der Seite in die Instrumentsäule eingeführt. Um die Durchstrahlung mit Elektronen zu ermöglichen, müssen extrem dünne Proben von typisch 10-100 nm Dicke präpariert werden, was oftmals die entscheidende Kunst des Experimentators ist. Insbesondere zur Erzielung einer hohen Auflösung

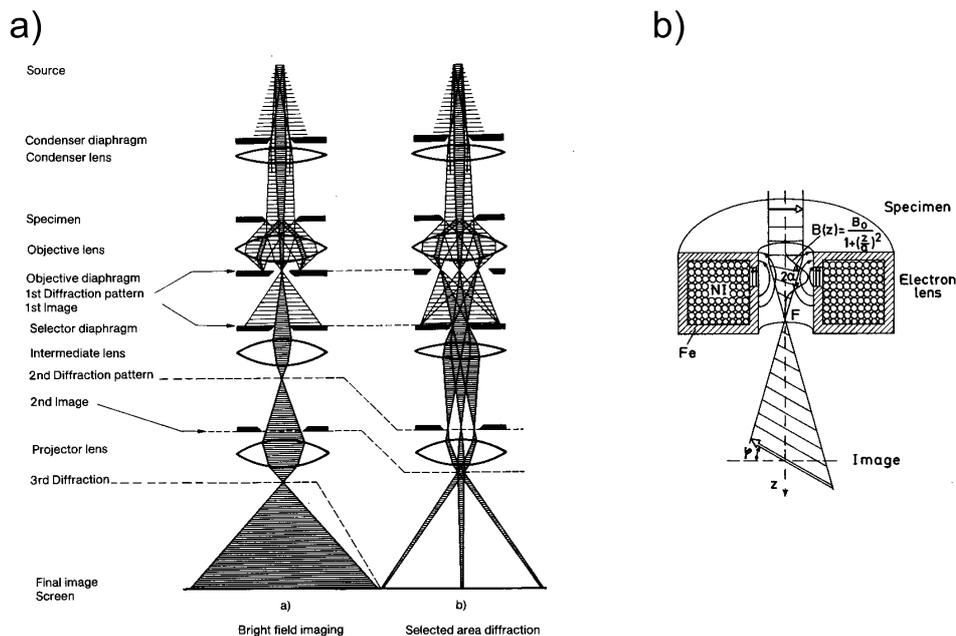


Fig. 4.20 a, b. Ray diagram for a transmission electron microscope in (a) the bright-field mode and (b) selected-area electron diffraction (SAED) mode

Abbildung 8:

sind sehr dünne Folien erforderlich. Die erste Linse nach der Probe, das sogenannte Objektiv, bestimmt die optische Qualität des Instrumentes. Eine ganze Kaskade weiterer Zwischenlinsen und eines abschliessenden 'Projektivs' ist erforderlich um die gewünschte hohe Vergrößerung zu erreichen und verschiedene Abbildungs- und Beugungstechniken zu ermöglichen. Das Bild wird auf herkömmlichem Filmmaterial, in jüngster Zeit auch zunehmend durch CCD Kameras aufgezeichnet. Der Aufbau einer typischen Elektronen'linse', bestehend aus einer Ringspule umgeben von einem Eisenkern mit Austrittspalt, ist ebenfalls in der Abbildung dargestellt. Im Gegensatz zu Glaslinsen haben die magnetischen Linsen den entscheidenden Vorteil, dass ihre Brennweite frei kontrollierbar ist über den zugehörigen Spulenstrom.

Der Zusammenhang zwischen einem Beugungsexperiment und einer Abbildung wurde oben bereits theoretisch erläutert. Das Transmissionsmikroskop hat den unschätzbaren Vorteil, dass der dort diskutierte mathematische Zusammenhang über eine einfache Fouriertransformation auch im Instrument praktisch realisiert werden kann. Durch eine einfache Umschaltung der Anregung der ersten Zwischenlinse nach dem Objektiv kann das Abbildungssystem auf die Bild- oder die Brennebene des Objektivs scharf gestellt werden und so zwischen Bild und Beugungsbild, d.h. zwischen realem und reziproken Raum umgeschaltet werden.

## 5 Kontrastentstehung im Durchstrahlungsmikroskop

Neben der Auflösung ist der Kontrast die wesentliche Voraussetzung um ein Proben-detail abzubilden. Es wurde bereits daraufhingewiesen dass Durchstrahlungsproben sehr dünn sind. Die hochenergetischen Elektronen bleiben deshalb zumeist nicht in den Proben stecken sondern werden hauptsächlich in ihrer Phase und damit in ihrer Ausbreitungsrichtung beeinflusst. Mathematisch formuliert heisst das, die

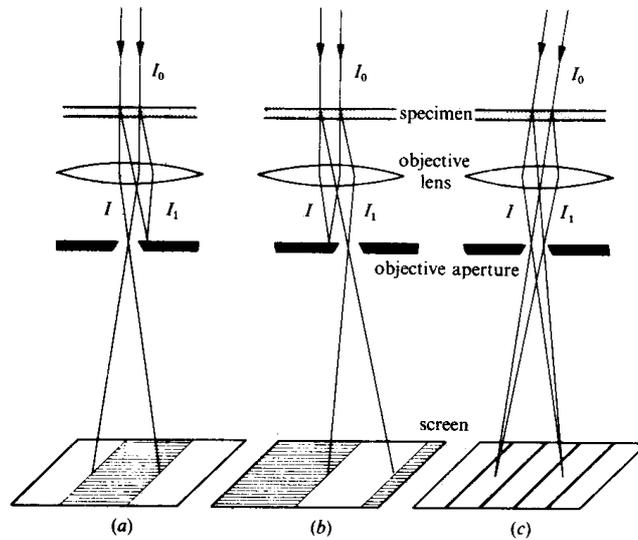


Abbildung 9:

komplexe Transmissionsfunktion  $t(x)$  ist im wesentlichen imaginär. Um unter diesen Umständen einen sichtbaren Beugungskontrast zu erzeugen, bedient man sich in der konventionellen TEM einer Kontrastblende in der Beugungsebene der Objektivblende mit der entweder der Nullstrahl (die ungebeugten Elektronen) oder einer der Beugungsmaxima zur Abbildung ausgewählt wird (siehe Abb. 9). Erstere Technik wird als Hellfeldabbildung (bright field imaging, Abb. 9a), die letztere als Dunkelfeldabbildung (dark field imaging Abb. 9b) bezeichnet. Entsprechend des Abbéschen Theorems ist aufgrund der kleinen Objektivblende in beiden Fällen keine Abbildung von atomaren Gitterstrukturen möglich. Für die hochauflösende Abbildung, die ja möglichst viele Beugungsreflexe erfassen soll, muss deshalb der Kontrast durch einen besonderen Phasenschiebungstrick erzeugt werden, der Gegenstand der nächsten Vorlesung sein wird.

In einer amorphen Probe wird an Stellen erhöhter Streuung (höhere mittlere Ladungszahl der streuenden Atome) vermehrt Elektronenintensität aus dem Nullstrahl herausgestreut und im Falle einer Hellfeldabbildung von der Kontrastblende abgefangen. Diese Stellen erscheinen dann in der Abbildung dunkel. Man spricht hier von Massenkontrast. Er ist der vorherrschende Kontrastmechanismus bei der Abbildung von biologischen Proben.

Im Fall von kristallinen Proben sind die Effekte des Beugungskontrast ungleich vielfältiger und überdecken in der Regel den schwächeren Massenkontrast. Da Beugungseffekte von der lokalen Orientierung des Gitters und der Probendicke abhängig sind muss die Propagation der Elektronenwelle durch die Probe in dynamischer Beugungstheorie berechnet werden (Dazu einige Ausführungen in der nächsten Vorlesung). Wesentliche Kontrast-Effekte lassen sich jedoch qualitativ wie in Abb. 10 verstehen:

Beugungsreflexe sind besonders stark angeregt, wenn sich die Kristalle genau in Bragg-Lage befinden. Im Hellfeldbild erscheinen dann solche Gebiete dunkel. In polykristallinen Proben entsteht so der typische Kornkontrast, der beim Kippen der Probe plötzlich zu springen scheint, da andere Körner in Bragg-Bedingung kommen.

Im sogenannten Zweistrahlfall, bei dem also im wesentlichen der Nullstrahl und ein Bragg-Reflex angeregt werden, oszilliert die Strahlintensität mit der Dicke der Probe zwischen dem Nullstrahl und dem Bragg-Reflex hin und her (s. Skizze 'Pen-

dellösung'). An einem Probenkeil zunehmender Dicke, wie er typisch an einem Loch in der Probe vorliegt, entsteht so im Hellfeldbild ein Streifenmuster. Am Lochrand in den dünnsten Stellen ist die Intensität zunächst im Nullstrahl konzentriert also hohe Intensität auch im Bild. Bei der halben 'Extinktionsdicke' (materialabhängig, typisch mehrere 10 nm) ist der Bragg-Reflex voll angeregt und es entsteht ein dunkler Streifen. Bei einer vollen Extinktionsdicke ist dann die Intensität wieder im Nullstrahl konzentriert, die Hellfeldabbildung erscheint wieder hell. Diese Kontrastoszillation setzt sich mit zunehmender Dicke fort. In ähnlicher Weise findet man Dickenoszillationen des Kontrasts an schräg in der Probe liegenden Korngrenzen und Stapelfehlern.

Ist die Probe in sich verbogen, so wird an einigen Stellen gerade die Bragg-Bedingung erfüllt, es entstehen scharfe dunkle Linien, die oft paarweise auftreten. Sie werden als Biegekonturen (bending contours) bezeichnet. Mit Kippen der Probe laufen diese über die Probe hinweg.

Aufgrund einer lokalen Gitterverbiegung entsteht auch der Kontrast der wichtigsten Gitterbaufehler, den Versetzungen. Auch hier wird das Gitter lokal in besonders günstige Anregungsbedingungen für einen gegebenen Reflex hineingedreht (dunkle Linie im Hellfeldbild). Dabei erzeugen nur solche Versetzungen einen Kontrast, deren Burgersvektor  $b$  eine Komponente in Richtung des zugehörigen Streuvektors  $\kappa = g$  besitzt ( $g \cdot b \neq 0$ ). Durch Anregung von verschiedenen Bragg-Fällen mit unterschiedlichen Streuvektoren, kann man so die Richtung des Burgersvektors analysieren (Burgersvektoranalyse).

Die Dunkelfeldabbildung ist ein besonders praktisches Hilfsmittel bei der Analyse von mehrphasigen Gefügen. Hat man im Beugungsbild Reflexe verschiedener Phasen identifiziert, kann man mit der Kontrastblende einen charakteristischen Reflex einer Phase auswählen. In der Dunkelfeldabbildung werden dann die Bereiche die der ausgewählten Phase entsprechen hell abgebildet.

## 6 Rasterelektronenmikroskopie (SEM)

Der typische Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops ist in Abb. 11 dargestellt. Hier dient die ganze Elektronenoptik, insbesondere die Objektivlinse nicht der Abbildung der Probe sondern der Herstellung einer feinen Elektronensonde von typisch 1-10 nm Durchmesser. Mit Hilfe von Ablenkspulen wird diese Sonde über die Probe geschoben. Die 'Antwort' der Probe auf die lokale Anregung mit dem Elektronenstrahl wird in Form von verschiedenen Signalen registriert und auf einem Bildschirm aufgetragen, beziehungsweise direkt als digitales Map in einem Rechner gespeichert. Gemäss der unterschiedlichen Sekundär-Signale werden verschiedene Abbildungsmethoden unterschieden. Dafür gibt es natürlich wieder Abkürzungen, z.B.:

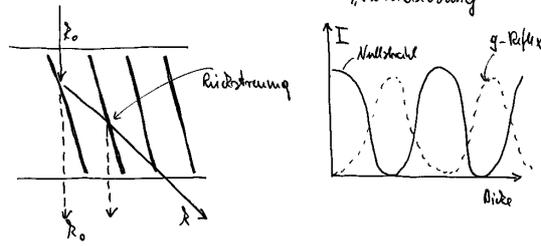
---

SE	Secondary electrons
BSE	Back scattered electrons
EBIC	Electron beam induced current
CL	Cathodoluminescence
AE	Auger electrons
EDX	Characteristic X rays

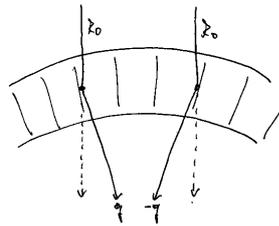
---

werden die Abbildungsmethoden unterschieden. Dabei sind die Abbildungen mit Sekundär- und Rückstreu-Elektronen Standardmethoden, die zunächst immer angewendet werden. EBIC und CL sind spezielle Methoden an Halbleiterproben, AE und EDX dienen der lokalen chemischen Analyse. Aufgrund der sehr einfachen Probenpräparation, es werden Bulk-Proben in Reflexion untersucht, der grossen Schärfentiefe und der einfachen Kontrasterzeugung wird die Rasterelektronenmi-

Dicke Konturen



Biege Konturen



Versetzungskontrast

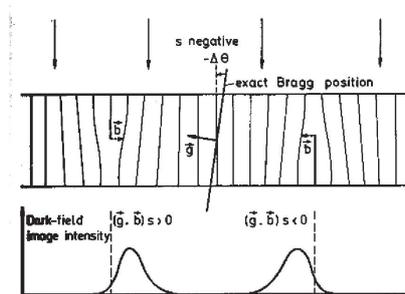
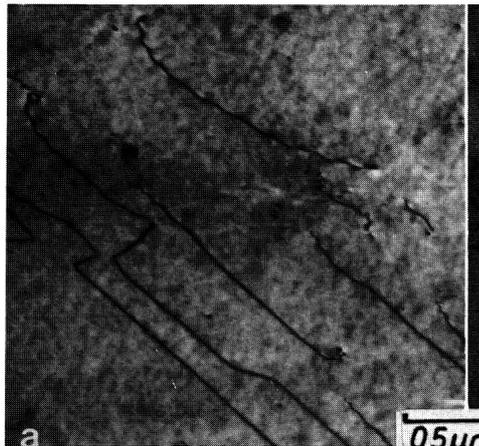


Fig. 8.26. Diagram showing on which side of its core the dislocation image is situated

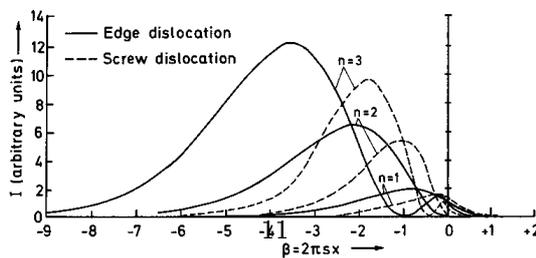


Fig. 8.25. Intensity profiles proportional to  $\Delta B^2$  in Fig. 8.24 across the dark-field images of edge and screw dislocations with different values of  $\vec{g} \cdot \vec{b} = n$ . The centre of the dislocation is at  $x = 0$  [8.69]

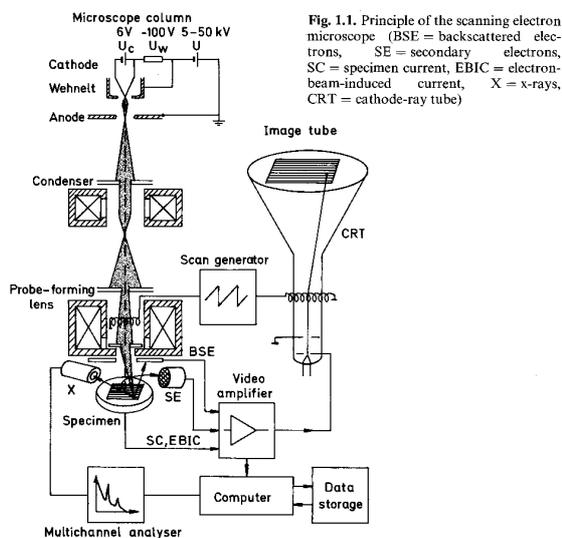


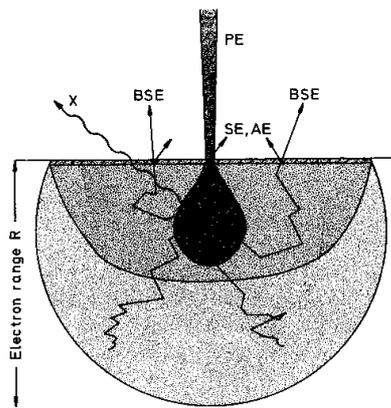
Abbildung 11:

roskopie häufig in der industriellen Materialentwicklung und Fehleranalyse benutzt. Die aufwändigere Transmissionsmikroskopie ist eher eine Domäne der an den Grundlagen interessierten öffentlichen Forschungsinstitute (Mit Ausnahmen!).

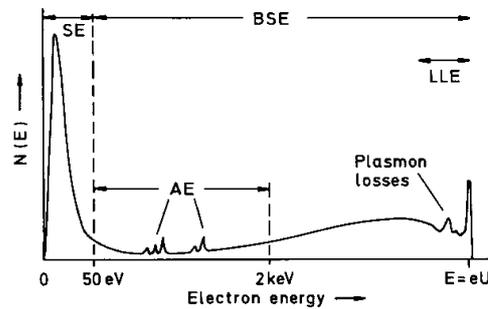
## 7 Wechselwirkung Elektronenstrahl–Probe

Im Prinzip wird die räumliche Auflösung eines Rasterverfahrens definiert durch die Grösse der jeweiligen Sonde. Unter Benutzung einer Feldemissionsquelle sind Elektronensonden mit einer Grösse von nur  $1 \text{ \AA}$  realisierbar, jedoch zeigt sich, dass die Auflösung vielmehr limitiert wird durch die räumliche Ausdehnung der Wechselwirkungsprozesse der Elektronen mit der Probe. In Abb. 12 ist eine solche Wechselwirkungs'birne' dargestellt, die sich aufgrund der in vielen Einzelstössen erfolgenden Abbremsung der Elektronen ergibt. Ihre laterale Ausdehnung beträgt etwa 1 Mikrometer. Die Elektronen, die die Probe verlassen, werden unterschieden in niederenergetische ( $E < 50 \text{ eV}$ ) Sekundärelektronen und höherenergetische Rückstreu-elektronen ( $E > 50 \text{ eV}$ ). Natürlich ist diese Unterscheidung etwas willkürlich. Sie ist aber dennoch sinnvoll, da auf diese Weise Elektronen, die über verschiedene Mechanismen aus der Probe treten, getrennt betrachtet und auch getrennt zur Abbildung benutzt werden. Die niederenergetischen Elektronen sind bevorzugt Probenelektronen, die durch Stösse mit den Strahlelektronen aus der Probe geschlagen werden. Da ihre Reichweite sehr eingeschränkt ist, kommen sie aus den obersten Lagen der Probe, werden also relativ lokal erzeugt. Das Sekundärelektronenbild zeichnet sich deshalb durch eine hohe räumliche Auflösung aus (typisch 5-10 nm). Die rückgestreuten Elektronen sind vorwiegend primäre Elektronen, die durch Weitwinkelstösse aus der Probe reflektiert werden. Sie stammen also fast aus der ganzen Wechselwirkungszone. Ein Rückstreu-elektronenbild hat deshalb eine deutlich schlechtere räumliche Auflösung. Der Vorteil dieser Bilder ist die starke Abhängigkeit der Streuwahrscheinlichkeit von der Ladungszahl der Targetatome. Die Abbildungen zeichnen sich daher durch einen erhöhten Materialkontrast aus. Da die Rückstreu-elektronen darüberhinaus kaum durch äussere Felder abgelenkt werden, können bei einer geeigneten Detektoranordnung Abschattungseffekte in der Abbildung betont werden.

Schliesslich ist die Rückstreu-wahrscheinlichkeit bei kristallinen Proben in be-



**Fig. 1.5.** Origin and information depth of secondary electrons (SE), backscattered electrons (BSE), Auger electrons (AE) and x-ray quanta (X) in the diffusion cloud of electron range  $R$  for normal incidence of the primary electrons (PE)



**Fig. 1.6**

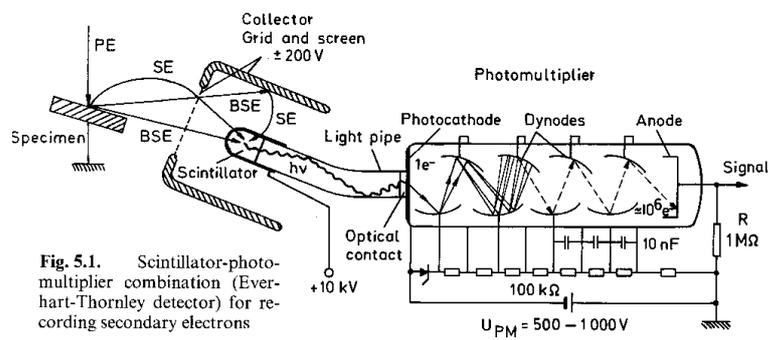
Abbildung 12:

stimmten 'Channeling'-Richtungen stark erniedrigt, so dass auch ein Orientierungskontrast entsteht. Wird durch ein Pendeln des Elektronenstrahls ein Channelbild erzeugt, kann dieser Effekt sogar zur Bestimmung der lokalen Kristallorientierung herangezogen werden. Typische Detektoranordnungen zur Detektion von Sekundär- und Rückstreuelektronen sind in Abb. 13 gezeigt. Aufgrund ihrer geringen Energie, können Sekundärelektronen durch geringe Saugspannungen in einen seitlich angebrachten Detektor gezogen werden, während der Detektor für rückgestreute Elektronen einen möglichst grossen Raumwinkel erfassen muss, um eine hinreichende Detektionswahrscheinlichkeit zu erreichen.

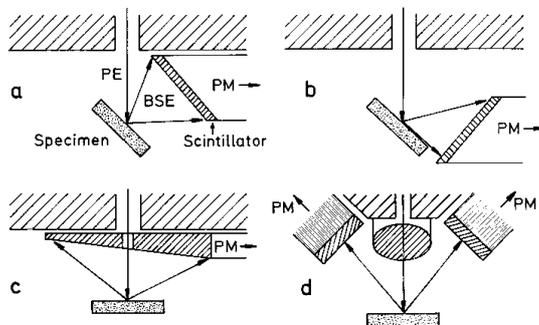
## 8 Literatur

- L. Reimer, 'Transmission Electron Microscopy' Springer-Verlag, Berlin 1984  
L. Reimer, 'Scanning Electron Microscopy' Springer-Verlag, Berlin 1985  
(Diese beiden Lehrbücher legen besonderes Gewicht auf die Ableitung der physikalischen Grundlagen)
- S. Amelinckx, D. v. Dyck, J. v. Landhuyt, G. v. Tendeloo, 'Handbook of Microscopy' VCH Verlag, Weinheim 1997  
(Dickes mehrbändiges Werk, beschreibt alle gängigen Techniken in Reviewartikeln und gibt viele Anwendungsbeispiele)
- J. M. Cowley, 'Diffraction Physics', New York 1975  
(Klassiker der Beugungsphysik mit sauberer Ableitung vieler Formeln)

## Sekundärelektronendetektor



## Rückstreuelektronendetektor



**Fig. 5.2a-c.** Scintillator arrangements for collecting BSE at (a) high and (b) low take-off angles, (c) as a scintillator sheet below the polepiece and (d) as an arrangement of four scintillators coupled by light-pipes to two photomultipliers

Abbildung 13:

