

Eine Konsequenz des schlanken abbildenden Elektronenstrahls ist die, daß sich sein Durchmesser nur geringfügig mit der Höhe über der Probe ändert. Proben mit Objektdetails in unterschiedlichen Höhen werden demnach überall von einem Strahl etwa konstanten Durchmessers getroffen und daher scharf abgebildet. Die Schärfentiefe rasterelektronenmikroskopischer Abbildungen ist um Größenordnungen größer als jene von Lichtmikroskopen, so daß sich im allgemeinen auch relativ stark in der Höhe strukturierte Proben in ihrer gesamten Ausdehnung scharf abbilden lassen. Auch dies ist ein wesentlicher Vorteil gegenüber der Lichtmikroskopie, bei welcher die Schärfentiefe bei hohen Vergrößerungen nur im Bereich von μm liegt.

Der auf die Probe auftreffende Elektronenstrahl löst aus dieser eine Reihe von Signalen (SE, RE, X: Erläuterung siehe unten) aus, die durch geeignete Detektoren registriert werden und verstärkt die Helligkeit einer Bildröhre steuern. Durch einen Rastergenerator sowie elektromagnetische Ablenkspulen wird der Elektronenstrahl in einem rechteckigen Feld zeilenförmig über die Probe geführt und synchron dazu der Schreibstrahl in einer Bildröhre. Damit erzielt man eine eindeutige, punktweise Zuordnung des durch den Elektronenstrahl abgerasterten Probenbereichs zum Bildfeld auf der Bildröhre. Probenbereiche, die starke Signale abgeben, werden im Bild hell erscheinen, während solche mit geringen Signalen in der Abbildung dunkel sein werden. Die Vergrößerung kann, da das Bildfeld in der Bildröhre immer gleich groß bleibt, durch Veränderung der Auslenkung des Elektronenstrahls im Mikroskop und damit des Rasterbereichs auf der Probe eingestellt werden; je kleiner der abgerasterte Bereich, desto höher ist die Vergrößerung.

Im Rasterelektronenmikroskop gelangen hauptsächlich die Oberflächen massiver Proben (natürliche Oberflächen, Bruchflächen, Schliffe) zur Abbildung, die jedoch wegen des notwendigen Vakuums keine flüchtigen Anteile (Wasser, Öle usw.) enthalten dürfen. Sind solche dennoch vorhanden, müssen entsprechende Vorkehrungen getroffen werden, wie z.B. eine Trocknung. Auch ein Einfrieren der flüchtigen Anteile ist möglich (Tieftemperaturuntersuchungen). Da die Proben mit geladenen Teilchen beschossen werden, müssen sie leitfähig sein oder mit einer leitenden Oberflächenbeschichtung versehen werden. Dazu wird durch Bedampfungs- oder Besputterungsprozesse im allgemeinen entweder Gold in dünner Schicht, wenn eine optimale Abbildungsqualität erreicht werden soll, oder Kohlenstoff aufgebracht, wenn analytische Aufgaben zu erfüllen sind. Die Größe der Proben ist normalerweise nur durch die Abmessungen der Probenkammer beschränkt, im Regelfall können Objekte mit Abmessungen im Bereich von einigen cm untersucht werden. Sie werden auf einer Probenbühne montiert, auf der sie sich in verschiedenen Richtungen bewegen, drehen und kippen lassen, so daß sie von den verschiedensten Blickpunkten aus abgebildet werden können. Die Bilddokumentation erfolgt durch Photographieren des Bildschirms bzw. durch digitale Aufzeichnung des Videosignals.

Die hochenergetischen Elektronen des abtastenden (primären) Strahls dringen in die Probe ein und treten dort in Wechselwirkung mit den Probenatomen. Die Atome bestehen aus einem positiv geladenen Atomkern, der von Elektronen in verschiedenen Schalen umkreist wird. Nun können die primären Elektronen einerseits unter Energieverlust Elektronen aus diesen Schalen herausschlagen, wodurch ionisierte Atome zurückbleiben, andererseits können sie ohne Energieverlust an den Atomkernen auch um große Winkel (bis in die Gegenrichtung) abgelenkt werden. Letzteres kann dazu führen, daß hochenergetische RückstreuElektronen (RE) die Probe auch wieder verlassen können; die Elektronen werden quasi an der Probe reflektiert. Ein sehr häufiges Ereignis stellt die Ionisation äußerer Atomschalen dar, durch die niederenergetische Sekundärelektronen (SE) erzeugt werden. Auf Grund

ihrer geringen Energie können diese Elektronen die Probe nur aus einem schmalen Bereich (1 bis 10 nm) unter der Oberfläche verlassen. Sie stammen im wesentlichen aus dem Auftreffbereich des primären Elektronenstrahls (Bild 2). Durch derartige Ionisationsprozesse verlieren die Elektronen entlang ihres Weges in der Probe kontinuierlich an Energie und kommen nach Durchlaufen einer von der Primärenergie abhängigen „Reichweite“ zur Ruhe. Dies bedeutet, daß die hochenergetischen RückstreuElektronen aus einem größeren Volumen um den Auftreffpunkt des Strahles austreten können; das Auflösungsvermögen von Abbildungen mittels RückstreuElektronen ist erheblich schlechter als von solchen, die mittels Sekundär-Elektronen erzeugt werden.

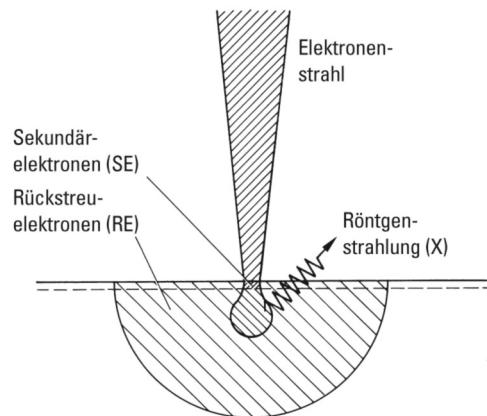


Bild 2. Wechselwirkungsbereich und ausgelöste Signale.

Ein wesentlich selteneres Ereignis ist die Ionisation innerer Atomschalen, für welche je nach Art (der Ordnungszahl) des Atoms unterschiedliche hohe Energiebeträge erforderlich sind. Da nur Elektronen, die diese Energie noch haben, eine Ionisation bewirken können, ist der Bereich, in dem derartige Prozesse stattfinden können, kleiner als jener, aus dem die RückstreuElektronen stammen. Bei der Rückkehr des Atoms in seinen ursprünglichen (Grund-)Zustand kann Röntgenstrahlung in Form von Röntgenquanten ausgesendet werden, deren Energie ebenfalls von der Ordnungszahl des ionisierten Atoms und von der Elektronenschale, die ionisiert wurde, abhängig ist. Jedes Element liefert auf diese Weise bestimmte Röntgenlinien mit ganz spezifischen Energien, seine „charakteristische Röntgenstrahlung (X)“.

Die Zahl der aus der Probe austretenden niederenergetischen Sekundär-Elektronen hängt unter sonst gleichen Bedingungen vom Neigungswinkel der Probenoberfläche zum einfallenden Elektronenstrahl ab. Sie ist um so größer, je größer dieser Winkel ist, d. h., geneigte Flächen werden gegenüber horizontalen im Bild heller erscheinen. Da außerdem der Detektor für die Sekundär-Elektronen asymmetrisch zu Probe und Elektronenstrahl angeordnet ist, ergeben sich zusätzlich Schatteneffekte (Bild 3). Von Flächen, die vom Detektor abgewandt liegen, treten zwar gleich viel Elektronen aus wie von gleich geneigten, dem Detektor jedoch zugewandt liegenden. Sie werden allerdings mit einer wesentlich geringeren Effizienz registriert werden und erscheinen im Bild daher dunkler. Dem Detektor zugewandte Flächen wirken demnach wie aus Detektorrichtung beleuchtet, während abgewandte Flächen im „Schatten“ liegen.

Die Anordnung des Detektors erfolgt nun so, daß er oberhalb des Bildes zu denken ist, was einer „Beleuchtung“ der Probe ebenfalls von oben entspricht. Flächen, die im Bild nach oben geneigt sind, erscheinen also heller als solche, deren Normale nach unten gerichtet ist. Dieser Beleuchtungseffekt entspricht ganz jenem aus dem natürlichen Erscheinungsbild von Körpern, die durch das Tageslicht auch von oben

Fehleruntersuchung

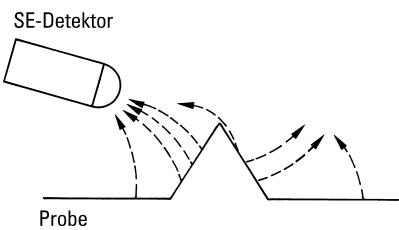


Bild 3. Registrierung der Sekundärelektronen.

beleuchtet werden und die dadurch plastisch erscheinen. Das anschauliche Erscheinungsbild rasterelektronenmikroskopischer Abbildungen beruht auf dieser Analogie in den Schattenwirkungen. Sie wirken deshalb so unmittelbar interpretierbar, weil sie die Eindrücke des natürlichen Sehens aus dem täglichen Leben vermitteln. Abbildungen mittels Sekundärelektronen werden daher in erster Linie für die Darstellung der Oberflächentopographie der Proben herangezogen, außerdem erreicht man mit ihnen das beste Auflösungsvermögen.

Da die Ablenkung der primären Elektronen an den Atomkernen um so stärker ist, je höher ihre positive Ladung ist, werden mit zunehmender Ordnungszahl (bzw. mit steigendem Atomgewicht) der Elemente in der Probe auch mehr Rückstreuelektronen die Probe wieder verlassen. Bei geeigneter Registrierung dieser Elektronen lassen sich somit lokale Unterschiede in der Probenzusammensetzung darstellen. Unterschiedliche Phasen zeigen im Bild unterschiedliche Grauwerte, wobei Bereiche mit schwereren Atomen im Bild heller erscheinen. Allerdings ist wegen des größeren Probenvolumens, aus dem die Rückstreuelektronen stammen, das in dieser Abbildungsart erreichbare Auflösungsvermögen gegenüber einer Sekundärelektronenabbildung verschlechtert.

Um eine möglichst hohe Effizienz für die Registrierung der Rückstreuelektronen zu erhalten und um das Entstehen von überlagertem Topographiekontrast möglichst zu unterbinden, werden die mit einer zentralen Bohrung für den Elektronenstrahl versehenen Detektoren symmetrisch oberhalb der Probe angeordnet.

Elektronen mit ausreichender Energie können, wie bereits ausgeführt, auch innere Schalen der Probenatome ionisieren, wobei die charakteristischen Röntgenlinien emittiert werden. Diese können für analytische Zwecke ausgenutzt werden, da sich durch Messung ihrer Energie die Ordnungszahl der ionisierten Atome bestimmen lässt. Je höher die Konzentration eines bestimmten Elementes in der Probe ist, desto höher wird auch die Intensität seiner charakteristischen Röntgenstrahlung sein. Die Probe wird also entsprechend ihrer Zusammensetzung ein Spektrum von Röntgenlinien unterschiedlicher Energie und Intensität abgeben. Da der Bereich, aus dem diese Strahlung ausgesendet wird, in der Größenordnung von μm^3 liegt, lässt sich die Zusammensetzung von Strukturdetails, z. B. von Ausscheidungen dieser Größe, bestimmen (analytisches Auflösungsvermögen). Das geschilderte Verfahren wird daher als Elektronenstrahlmikroanalyse bezeichnet.

Zur Ermittlung der lokalen Probenzusammensetzung muß das von der Probe abgebene Röntgenspektrum zerlegt werden, d. h., es ist der Zusammenhang zwischen der Energie der Röntgenlinien und ihrer Intensität zu bestimmen. Dazu werden wegen ihrer einfachen Anwendbarkeit in letzter Zeit in immer breiterem Umfang „energiedispersive Röntgenspektrometer (EDX-S)“ eingesetzt. Diese Spektrometer, deren schematischer Aufbau in Bild 4 wiedergegeben ist, bestehen aus einem Detektorkristall (i. a. Silicium), der auf die Temperatur des flüssigen Stickstoffs gekühlt ist. Um die Effizienz der Registrierung der Röntgenstrahlung zu steigern, wird dieser Kristall möglichst nahe an die Probe herangeführt. Da er sich auf tiefer Tem-

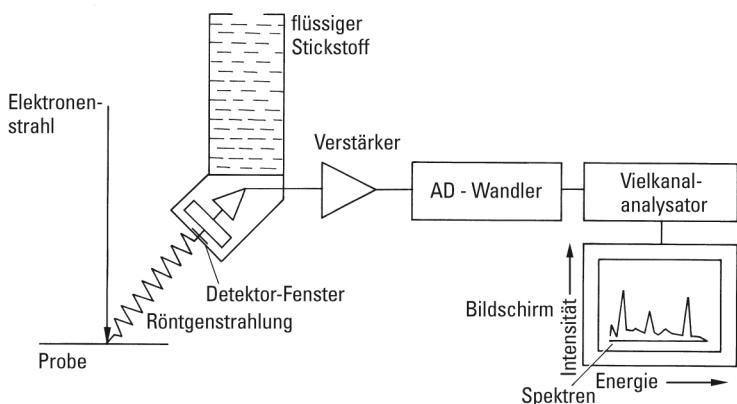


Bild 4. Energiedispersives Röntgenspektrometer.

peratur befindet, ist er zur Vermeidung einer Vereisung zusammen mit einem Vorverstärker in einem evakuierten Dewar, dem „Detektorfinger“, untergebracht.

Die Röntgenstrahlung erreicht den Kristall durch ein dünnes Detektor-Fenster, das allerdings die Linien mit den niedrigsten Energien aus dem Röntgenspektrum absorbiert. Durch dieses Fenster wird somit der Einsatzbereich des Spektrometers besonders bei leichten Elementen beschränkt. Findet als Fenstermaterial Beryllium Verwendung, so lassen sich alle Elemente vom Natrium (in der Ordnungszahl) aufwärts registrieren, besteht das Fenster hingegen aus einer sehr dünnen (und leider auch sehr anfälligen) Polymerfolie, so können sogar alle Elemente ab dem Bor, also auch Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff, erfaßt werden.

Ein Röntgenquant, das den Kristall trifft, erzeugt in ihm einen seiner Energie proportionalen Ladungsimpuls. Dieser Impuls gelangt über einen Verstärker in einen Analog-Digital-Wandler, in welchem ihm entsprechend seiner Größe eine Adresse zugeteilt wird. Auf Grund dieser Adresse wird er sodann in dem entsprechenden Kanal eines Vielkanalanalysators gespeichert. Ein Vielkanalanalysator besteht aus einer Reihe von Impulszählern, von denen jeder einer ganz bestimmten Energie zugeordnet ist. Ein registrierter Impuls erhöht also den Zählerstand jenes Zählers um eine Einheit, welche der Energie des auslösenden Röntgenquants entspricht.

Das Spektrum, also die Abhängigkeit der Intensität von der Energie der Röntgenstrahlung, wird durch das Histogramm aller Zählerstände gebildet und kann auf einem Bildschirm dargestellt werden. Aus den Energien der einzelnen Röntgenlinien kann auf die Elemente in der Probe geschlossen werden, aus ihren Intensitäten auf die zugrundeliegenden Konzentrationen, die auch quantitativ ermittelt werden können. In den letzten Jahren hat die energiedispersive Röntgenspektrometrie eine sehr starke Verbreitung gefunden, weil sie das gesamte Röntgenspektrum gleichzeitig erfaßt und weil damit schon nach einer kurzen Meßzeit von wenigen Sekunden Aussagen über die Zusammensetzung der Probe im Analysenbereich möglich sind. Bei längeren Meßzeiten (z.B. 100 s) sind Nachweisempfindlichkeiten von einigen 0,1% erreichbar, was zusammen mit dem Analysenvolumen von etwa $1\mu\text{m}^3$ minimal nachweisbare Massen von Bruchteilen eines Pikogramms (10^{-12} g) bedeutet.

Im allgemeinen wird bei Mikroanalysen der Elektronenstrahl auf jenes Strukturdetail fokussiert, dessen Zusammensetzung von Interesse ist. Der Strahl wird während der Registrierung des Spektrums für die Dauer der Meßzeit festgehalten. In diesem Fall spricht man von Punktanalysen.

Eine andere Art analytischer Charakterisierung erfolgt bei rasterndem Elektronenstrahl, allerdings wird nun nicht mehr das gesamte Spektrum erfaßt. Vielmehr wird aus diesem nur jener Energiebereich ausgeblendet, der Röntgenlinien eines interes-

sierenden Elementes enthält. Immer dann, wenn ein Röntgenquant aus diesem Energienbereich vom Detektor registriert wird, wird am Bildschirm ein heller Punkt erzeugt. Bereiche der Probe, in welchen das Element in höherer Konzentration vorliegt, werden höhere Intensitäten der fraglichen Röntgenstrahlung emittieren, somit werden in den entsprechenden Bildbereichen die hellen Punkte ebenfalls in höherer Konzentration auftreten. Die Dichte der Punkte und damit die Bildhelligkeit wird also ein Maß für die örtliche Konzentration des interessierenden Elements sein – man erhält Elementverteilungsbilder. Zeichnet man diese für alle in der Probe vorliegenden Elemente auf (bei modernen Geräten ist dies gleichzeitig möglich), so lassen sich Aussagen über die Verteilung der Elemente im dargestellten Bildbereich, mit vorliegenden Koinzidenzen und Antikoinzidenzen gewinnen, woraus dann entsprechende Schlussfolgerungen gezogen werden können.

Gegenüber der Lichtmikroskopie besitzt die Rasterelektronenmikroskopie neben dem wesentlich besseren Auflösungsvermögen noch den Vorteil der erheblich vergrößerten Schärfentiefe. Durch die Abtastung der Probe mit dem ionisierenden Elektronenstrahl eröffnet sich weiterhin die Möglichkeit der röntgenspektrometrischen Analytik, die die chemische Charakterisierung von Phasen mit Dimensionen von etwa $1\mu\text{m}$ aufwärts erlaubt. Die Nachteile liegen in der fehlenden Farbinformation sowie in der Beschränkung auf Proben ohne flüchtige Anteile, die sich jedoch durch entsprechende apparative und präparative Vorkehrungen umgehen läßt.

Sind die Anforderungen an das Auflösungsvermögen mit Hilfe rasterelektronenmikroskopischer Methoden nicht zu erfüllen, so bietet sich noch der Einsatz der Analytischen Transmissionselektronenmikroskopie an, bei der das räumliche Auflösungsvermögen um mindestens eine Größenordnung, das analytische sogar um zwei Größenordnungen besser ist. Erkauft wird diese Verbesserung mit dem Nachteil, daß nur extrem dünne Proben untersucht werden können, deren Präparation unter Umständen erhebliche Schwierigkeiten bereitet.