

Materialanalytik

Praktikum

Rasterelektronenmikroskopie

B504

Stand: 02.11.2011

Ziel: Durch praktisches Arbeiten am Rasterelektronenmikroskop sollen Grundlagen, Vorteile und Grenzen des Verfahrens vermittelt werden.

Inhalt

1 Einleitung

2 Grundlagen

2.1 Auflösung

2.2 Schärfentiefe

2.3 Aufbau und Funktion des Rasterelektronenmikroskops

2.3.1 Das signalerzeugende System

2.3.1.1 Erzeugung des Elektronenstrahls

2.3.1.2 Das Linsensystem

2.3.1.3 Das Rastersystem / Vergrößerung

2.3.2 Das signalverarbeitende System

2.3.3 Detektoren

2.4 Wechselwirkungen zwischen Probe und Elektronen

2.4.1 Sekundärelektronen

2.4.2 Rückstreuелеktronen

3 Technische Bedeutung

4 Versuchsdurchführung

5 Versuchsauswertung

6 Literatur

1 Einleitung

Das Rasterelektronenmikroskop (abgekürzt REM) dient in erster Linie dazu, die Topographie von Oberflächen abzubilden. Es findet vielfältige Anwendung u.a. in Biologie, Medizin, der Halbleiterindustrie und den Werkstoffwissenschaften.

Kleine Brüche oder Risse in Werkstoffen können katastrophale Auswirkungen auf die Stabilität von Konstruktionen oder Werkzeugen haben. Aufschluss darüber, ob z.B. ein Materialfehler oder aber ein Verarbeitungsfehler zum Bruch geführt hat, kann eine Untersuchung der Bruchfläche mit dem Licht- oder Elektronenmikroskop zeigen. Da Bruchflächen in der Regel sehr rau sind, ist es mit Lichtmikroskopie häufig nicht möglich, den erforderlichen Bildausschnitt bei genügender Vergrößerung vollständig scharf abzubilden.

Die Elektronenmikroskope bieten dabei große Vorteile. Neben der um ein Vielfaches höheren sinnvollen Vergrößerung bietet die Elektronenmikroskopie eine sehr viel größere Schärfentiefe (Abb.1).

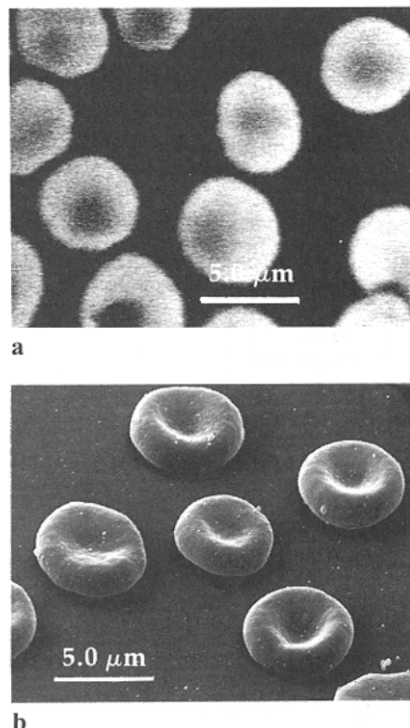


Abb. 1: a) Lichtmikroskopische und b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahme von Blutkörperchen bei gleicher Vergrößerung.

2 Grundlagen

2.1 Auflösung

Die Menge an Informationen, die man aus einem mikroskopischen Bild ziehen kann, wird durch die Auflösung bestimmt. Die maximale Auflösung eines Mikroskops beschreibt den kleinsten Abstand zweier Punkte, die gerade noch als getrennte Einzelpunkte zu erkennen sind; sie ist aufgrund von Beugungserscheinungen und Linsenfehlern begrenzt. Alle darüber hinausgehenden Vergrößerungen eines Bildes liefern keine neuen Informationen mehr und sind deshalb nicht sinnvoll.

Die Auflösung r eines Mikroskops ist abhängig von der benutzten Wellenlänge λ , dem Brechungsindex μ des umgebenden Mediums und dem Konvergenzwinkel α (Winkel zwischen

der optischen Achse und dem gerade noch durch die Blende fallenden Randstrahl, Abb. 2). Damit ergibt sich für die Auflösung

$$r = \frac{0,61 \lambda}{\mu \sin \alpha} \quad (1)$$

Das Produkt $\mu \sin \alpha$ bezeichnet man als die numerische Apertur.

Eine hohe Auflösung kann also durch eine kurze Wellenlänge, einen großen Brechungsindex der Umgebung und einen kurzen Abstand der Probe (großer Winkel α) erreicht werden. Da bei den üblichen Lichtmikroskopen die Umgebung Luft ($\mu \approx 1$) ist und der Abstand der Probe zum Objektiv nicht beliebig verkleinert werden kann, ist die maximale Auflösung bei Wellenlängen des sichtbaren Lichts (400 - 700 nm) auf etwa 200 nm und die sinnvolle Vergrößerung auf 1000fach beschränkt.

Zu wesentlich kleineren Wellenlängen gelangt man, wenn statt der Lichtwellen Elektronen eingesetzt werden. Die Wellenlänge λ beträgt in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung U näherungsweise

$$\lambda \approx \left[\frac{1,5}{U} \right]^{\frac{1}{2}} \text{ nm} \quad (2)$$

Da Elektronen nahezu Lichtgeschwindigkeit erreichen können, muss für sie die relativistische Massenkorrektur berücksichtigt werden:

$$\lambda = \left[\frac{1,5}{(U + 10^{-6} U^2)} \right]^{\frac{1}{2}} \text{ nm} \quad (3)$$

Bei einer Beschleunigungsspannung von z.B. 20 kV beträgt die Wellenlänge $8,6 \cdot 10^{-3} \text{ nm} = 8,6 \text{ pm}$, bei 1000 kV nur noch 0,9 pm.

In Elektronenmikroskopen sind die Konvergenzwinkel α winzig, daher gilt: $\sin \alpha \approx \alpha$.

Da Elektronen in Luft zu stark gestreut werden, wird der Elektronenstrahl im Hochvakuum erzeugt; für den Brechungsindex im Vakuum gilt: $\mu = 1$.

Die theoretische Auflösung eines Elektronenmikroskops beträgt nach Gleichung (1)

$$r = \frac{0,61 \lambda}{\alpha} \quad (4)$$

Die tatsächlich erreichbare Auflösung eines REM (heutzutage bis 1 nm) ist deutlich geringer aufgrund von Beugungs- und Linsenfehlern sowie den Eigenschaften der Kathode selbst. In der Praxis ist die erreichbare Auflösung eines REM der kleinste Spot, mit dem noch ein ausreichendes Signal von der Probe erhalten werden kann.

2.2 Schärfentiefe

Für die Abbildung nicht planer rauer Oberflächen wie z.B. Bruchflächen ist eine hohe Schärfentiefe erforderlich. Darunter versteht man den Bereich der Probenpositionen, in denen das Auge keine Änderung der Bildschärfe wahrnimmt. Die Schärfentiefe h berechnet sich nach

$$h = \frac{0,61 \lambda}{\mu \cdot \sin \alpha \cdot \tan \alpha} \approx \frac{0,61 \lambda}{\alpha^2} \quad (\alpha \text{ sehr klein, } \mu = 1) \quad (5)$$

Eine Vergrößerung der Schärfentiefe für konstante Wellenlängen ist demnach nur über eine Verkleinerung von α zu erreichen; gemäß Abb. 2 ist der Arbeitsabstand L zu vergrößern und eine

Aperturblende mit kleinerem Durchmesser D zu wählen. Die Vergrößerung der Schärfentiefe geht mit einer Verringerung der Auflösung einher.

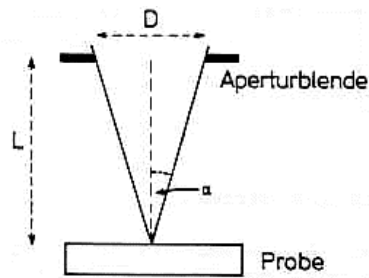


Abb. 2: Zusammenhang zwischen Konvergenzwinkel, Arbeitsabstand und Blende

Für 1000fache Vergrößerung und eine Auflösung von 100 nm liegt die erreichbare Schärfentiefe für das REM bei 100 μm , für das Lichtmikroskop nur bei 0,2 μm (vgl. Abb 1).

2.3 Aufbau und Funktion des Rasterelektronenmikroskops (REM)

Die Oberfläche einer Probe wird mit einem gebündelten Elektronenstrahl Zeile für Zeile abgerastert (prinzipieller Aufbau Abb.3). Die durch Wechselwirkung mit der Probe erzeugten Signale (hier: Sekundär- bzw. Rückstreuelektronen, s. Abschnitt 2.4) werden vom Detektor in eine Spannung umgewandelt und verstärkt. Diese Spannung variiert synchron zur Rasterung die Intensität des Lichtpunktes auf dem Bildschirm einer Kathodenstrahlröhre.

In einem Rasterelektronenmikroskop sind signalerzeugendes und signalverarbeitendes System getrennt.

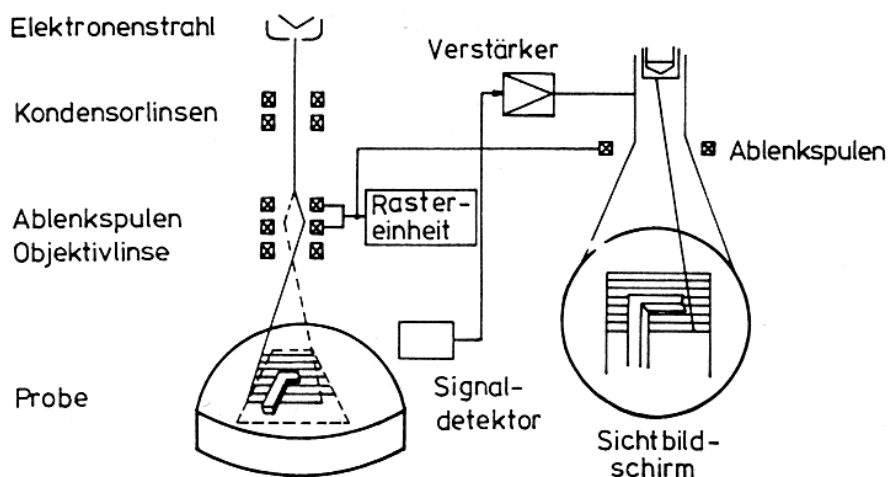


Abb. 3: Prinzipieller Aufbau eines REM

2.3.1 Das signalerzeugende System

Ziel des signalerzeugenden Systems (Abb. 3 links und Abb. 4) ist die Erzeugung eines Elektronenstrahls von möglichst kleinem Durchmesser und maximaler Helligkeit auf der Probenoberfläche. Es besteht aus Elektronenkanone (Kathode – Wehneltzylinder – Anode), dem Linsensystem (Linsen, Blenden, Ablenk- und Stigmatorspulen) und der Probenkammer.

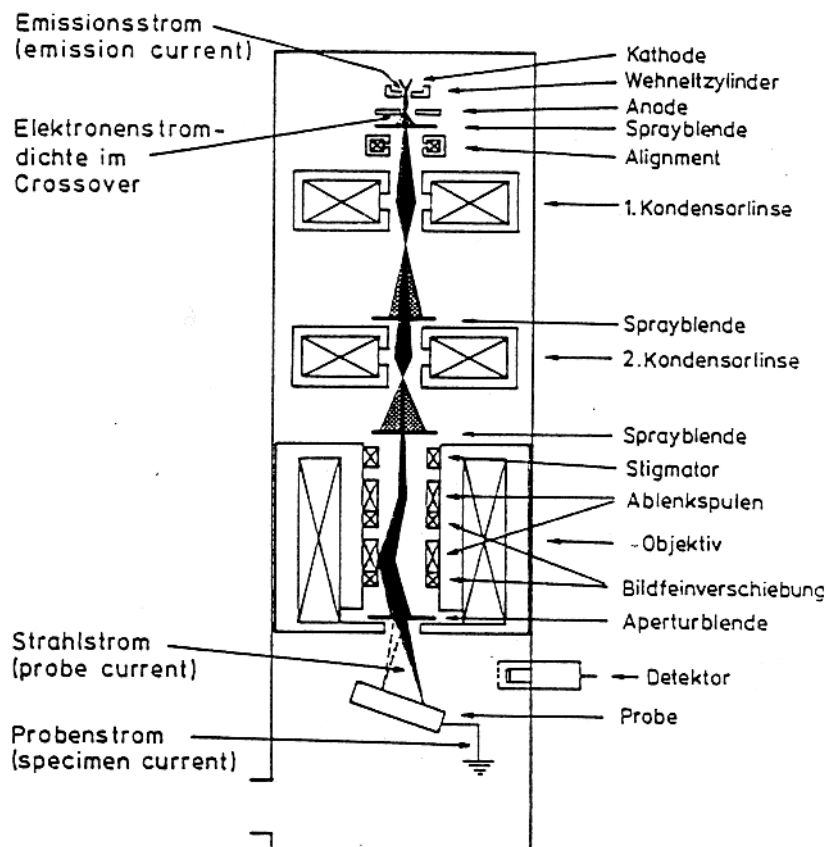


Abb.4: Verlauf des Elektronenstrahls im signalerzeugenden System

Zur Erzeugung eines Vakuums werden mindestens zwei Pumpen benötigt. Ein Vorvakuum von ca. 10^{-3} mbar (10^{-1} Pa) wird mit Hilfe einer Rotations- oder Drehschieberpumpe erzeugt. Das Arbeitsvakuum in Säule und Kammer beträgt mindestens 10^{-5} mbar (10^{-3} Pa) und wird von einer Turbomolekularpumpe oder einer Öl-Diffusionspumpe aufrechterhalten. Je nach Art der Kathode wird ggf. eine dritte Pumpe benötigt, die Ionengetterpumpe, welche in der Elektronenkanone ein Vakuum von mindestens 10^{-7} mbar (10^{-5} Pa) gewährleistet.

Die vollständig im Hochvakuum arbeitenden REM erfordern vakuumbeständige trockene und elektrisch leitende Proben.

2.3.1.1 Erzeugung des Elektronenstrahls

Üblicherweise werden in der Elektronenmikroskopie die freien Elektronen über thermische Emission erzeugt. Andere Mikroskope arbeiten mit Feldemission ($> 10^9$ V/m). Als thermische Kathoden (Filamente) werden Wolframdrähte oder LaB_6 -Kristalle eingesetzt; letztere besitzen eine größere Helligkeit und längere Lebensdauer.

Die Elektronenquelle ist in einer Dreielektrodenanordnung aufgebaut (Abb. 5).

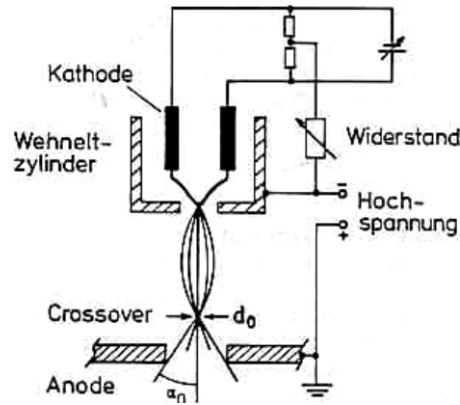


Abb. 5: Prinzip der Elektronenkanone.

Das Filament wird mit einem elektrischen Heizstrom erhitzt und liegt gegenüber der Anode auf negativem Potential (Kathode). Die freigesetzten Elektronen werden mit der entsprechenden Beschleunigungsspannung in Richtung Anode beschleunigt und treten durch ein Loch in der Anode in die Mikroskopsäule. Um die Elektronen zu bündeln, sitzt das Filament in einem Wehnelt-Zylinder; dieser hat ein Potential, das noch negativer ist als das des Filaments. Er wirkt wie ein Gitter und fokussiert die Elektronen durch Abstoßung in einem Punkt, welcher als virtuelle Elektronenquelle oder cross-over bezeichnet wird. Über den Wehneltzylinder wird nicht nur der Durchmesser d_0 des cross-over geregelt, sondern auch die Zahl der aus der Kathode austretenden Elektronen (Emissionsstrom).

2.3.1.2 Das Linsensystem

Zum Bündeln und Fokussieren des Elektronenstrahls dienen elektromagnetische Linsen mit einem Kern aus Weicheisen. Wenn ein Elektron mit der Ladung e und mit der Geschwindigkeit v in den Bereich eines Magnetfeldes mit der Stärke B gerät, so wirkt die Kraft F auf das Elektron: Kraftvektor \vec{F} , Geschwindigkeitsvektor \vec{v} und Magnetfeldvektor \vec{B} stehen senkrecht aufeinander (Rechte-Hand-Regel):

$$\vec{F} = e(\vec{B} \wedge \vec{v}) \quad (6)$$

Die Elektronen werden auf schraubenförmige Bahnen mit immer kleinerem Radius gezwungen. Im REM haben elektromagnetische Linsen die Aufgabe, das cross over der Elektronenkanone verkleinert als Spot auf die Probenoberfläche abzubilden. Mit Hilfe zweier Kondensorenlinsen (Abb. 4) wird der Strahldurchmesser von d_0 auf d_2 verkleinert. Je höher der Linsenstrom (Abb. 6), desto kürzer wird die Brennweite und desto kleiner der Durchmesser des Strahls („spot size“).

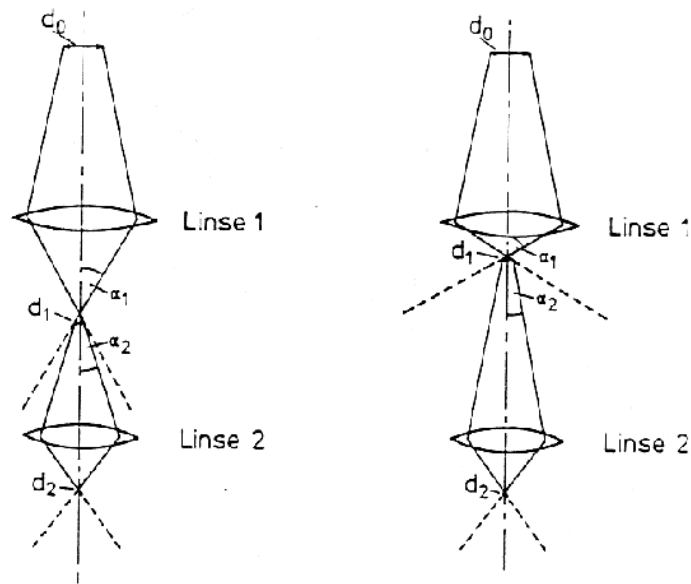


Abb. 6: Schematischer Verlauf des Elektronenstrahls für a) niedrigen, b) hohen Linsenstrom

Mit zunehmender Verkleinerung des Strahldurchmessers gehen jedoch immer mehr Elektronen für die Probe verloren, da nicht alle Elektronen, die Linse 1 verlassen, von Linse 2 erfasst werden. (Abb. 6): $\alpha_2 < \alpha_1$. Eine Folge ist zunehmendes Rauschen in den Abbildungen, was das Auflösungsvermögen des REM verringert.

Die dritte Linse, die Objektivlinse, hat die Aufgabe, den Elektronenstrahl auf die Probe zu fokussieren (Scharfstellen der Abbildung).

Mechanisch nicht absolut symmetrische Linsenbohrungen mit inhomogenen Magnetfeldern und Verunreinigungen der Polschuhbohrungen führen zu einem elliptischen Elektronenstrahl, der den „axialen Astigmatismus“ erzeugt; dieser macht sich bei Vergrößerungen ab ca. 5000fach bemerkbar. Durch einen elliptisch verformten Elektronenstrahl werden Oberflächenstrukturen verzerrt abgebildet; die Probenoberfläche lässt sich in diesem Fall nicht exakt fokussieren. Um die Rotationssymmetrie des Elektronenstrahls wieder herzustellen, ist ein elektrisches Korrekturfeld erforderlich, das von dem Stigmator erzeugt wird. Ein Stigmator besteht aus 2 mal 4 Spulen (Doppel-Quadrupolsystem), die zentrisch zur optischen Achse angeordnet sind.

2.3.1.3 Das Rastersystem / Vergrößerung

Ein Ablenggenerator sorgt mit Hilfe von Ablenkspulen (Abb. 3 und 4) für eine zeitweise Abtastung der Probenoberfläche durch den Primärelektronenstrahl (scanning). Die Ablenkspulen sind im Polschuhkanal der Objektivlinse untergebracht. Synchron zu dieser Abrasterung wird ebenfalls der Leuchtschirm der Bildröhre eines Monitors mit einem Kathodenstrahl abgetastet.

Bedingt durch das Rasterprinzip setzt sich die REM-Abbildung aus vielen Bildpunkten zusammen. Mit Hilfe der Ablenkspulen lassen sich mit dem Elektronenstrahl horizontale und vertikale Ablenkungen erzeugen. Durch die horizontale Ablenkung entsteht eine Zeile („line“), durch die vertikale Ablenkung deren Lage.

Aus der variablen Zeit für die Abtastung einer Zeile und der Zahl der Zeilen pro Durchlauf („frame“) ergibt sich die Rastergeschwindigkeit. Je höher diese gewählt wird, desto stärker sind die Abbildungen verrauscht.

Für eine Erhöhung der Vergrößerung muss der Strom der Ablenkspulen erhöht werden. Damit ist eine Verkleinerung des Rasters auf der Probe verbunden, während das Bild auf der Bildröhre aber unverändert groß bleibt. Die Vergrößerung ergibt sich daher als das Verhältnis der Bildschirm-Kantenlänge zu der Kantenlänge des abgerasterten Probenbereiches (Abb. 3). Beträgt z.B. der gescannte Probenbereich 1mm x 1mm und die Kantenlänge des Bildschirms 300 mm, so ist die Vergrößerung 300-fach.

2.3.2 Das signalverarbeitende System

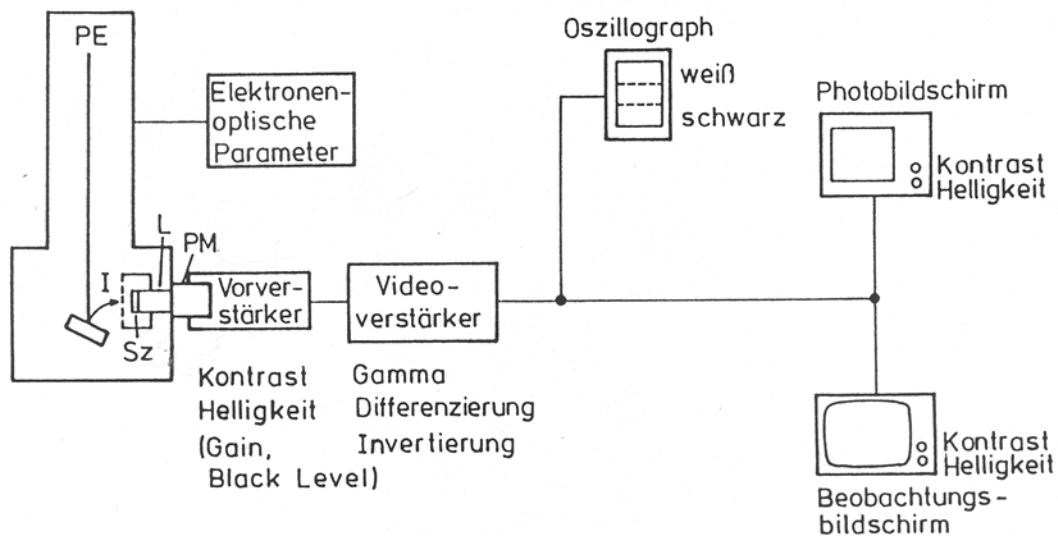


Abb. 7: Das System der Signalverarbeitung

Durch das Rasterprinzip werden zeitlich nacheinander von jedem einzelnen Objektpunkt Signale wie z.B. Sekundärelektronen erzeugt, die nach einer Registrierung mit einem Detektor ein elektrisches Signal liefern, das Videosignal. Seine Verstärkung erfolgt mit einem Vorverstärker und einem Videoverstärker. Das verstärkte Videosignal moduliert nun den simultan zum Primärelektronenstrahl abgelenkten Kathodenstrahl der Bildschirmröhre auf einem Monitor. Auf diese Weise entsteht eine Punkt für Punkt-Korrelation zwischen der Signalhöhe eines Objektpunktes und der Helligkeit des entsprechenden Bildschirmpunktes.

Die Amplituden des Signals können als Y-Modulation auf dem Monitor dargestellt werden.

Die Umwandlung von Objektsignalen in zeitlich zerlegte elektrische Signale hat u.a. den Vorteil, daß letztere modifiziert und somit Bildinformationen optimiert werden können (Helligkeit, Kontrast u.a.).

2.3.3 Detektoren

Die Verbindung zwischen dem signalerzeugenden und dem signalverarbeitenden System eines REM stellen Detektoren her. Sie haben die Aufgabe, die erzeugten Signale in elektrische Signale umzuwandeln. Jedes Signal (Sekundär-, Rückstreuелеktronen, Röntgenstrahlen) erfordert in der Regel einen speziellen Detektor.

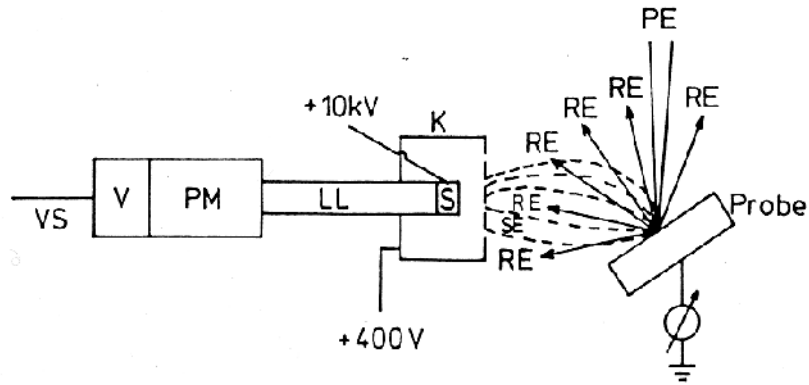


Abb. 8: Everhart - Thornley - Detektor

K: Kollektor, S: Szintillator, LL: Lichtleiter, V: Vorverstärker, PM: Photomultiplier

Der gebräuchlichste Detektor ist der Everhart-Thornley-Detektor (kurz E-T-Detektor) zur Registrierung von Sekundärelektronen (Abb. 8).

Zwischen Probe und dem netzförmigen Kollektor wird eine Saugspannung von z.B. +300V angelegt, um die niedrigerenergetischen Sekundärelektronen (SE) anzusaugen. Zwischen Kollektor und Szintillator liegt eine Hochspannung von 10 kV, welche die SE erneut beschleunigt und auf den Szintillator prallen lässt. Der Szintillator besteht entweder aus einer mit lumineszierendem Pulver (Phosphorverbindung) beschichteten Glasplatte oder einem YAG- oder YAP- Einkristall. Die dort erzeugten Lichtblitze (Photonen) werden durch den Lichtleiter zum Photomultiplier geleitet. An der Photokathode des Multipliers werden durch die Photonen Elektronen ausgelöst, welche durch die angelegte Multiplierspannung auf die nachfolgenden Prallektroden (Dynoden) beschleunigt werden und dort lawinenartig ein Vielfaches an Elektronen erzeugen.

Auch Rückstreuelektronen (RE) werden registriert. Um eine ausschließlich durch RE erzeugte Abbildung zu erhalten, müssen alle SE ferngehalten werden. Dies geschieht, indem man den Kollektor ausschaltet oder eine negative Spannung anlegt, so dass die SE abgestoßen werden.

Spezielle Detektoren für RE sind z.B. ringförmige Halbleiter-Detektoren; sie befinden sich direkt oberhalb der Probe und haben daher einen größeren Erfassungswinkel als seitlich eingeschobene Detektoren.

2.4 Wechselwirkung zwischen Elektronen und Probe

In Rasterelektronenmikroskopen werden die Elektronen üblicherweise mit Spannungen zwischen 1 und 40 kV beschleunigt und als gebündelter Strahl mit einem Durchmesser $< 0.01\mu\text{m}$ auf die Probe geschossen. Diese schnellen Primärelektronen (PE) zeigen vielfältige Wechselwirkungen mit der Probe in einem Bereich, der Wechselwirkungsvolumen genannt wird (Abb. 9). Man unterscheidet grundsätzlich folgende Streuprozesse:

Elastische Streuung: PE werden im Coulomb-Feld der Atomkerne abgelenkt, und zwar umso stärker, je langsamer sie sind; ihr Energieverlust ist sehr gering. Durch Mehrfachstreuungen können PE die Probe wieder verlassen (Rückstreuelektronen).

Inelastische Streuung: PE treten in Wechselwirkung mit den Elektronen der Atomhüllen und geben einen Teil ihrer Energie ab. Beim Herausschlagen äußerer Elektronen entstehen Sekundärelektronen, beim Herausschlagen innerer Elektronen charakteristische Röntgenstrahlung.

Die Größe des Wechselwirkungsvolumens hängt von der Beschleunigungsspannung ab, seine Form von der mittleren Ordnungszahl: In einer Probe aus vorwiegend leichten Elementen ist es annähernd birnenförmig, in einer Probe aus vorwiegend schweren Elementen halbkugelförmig.

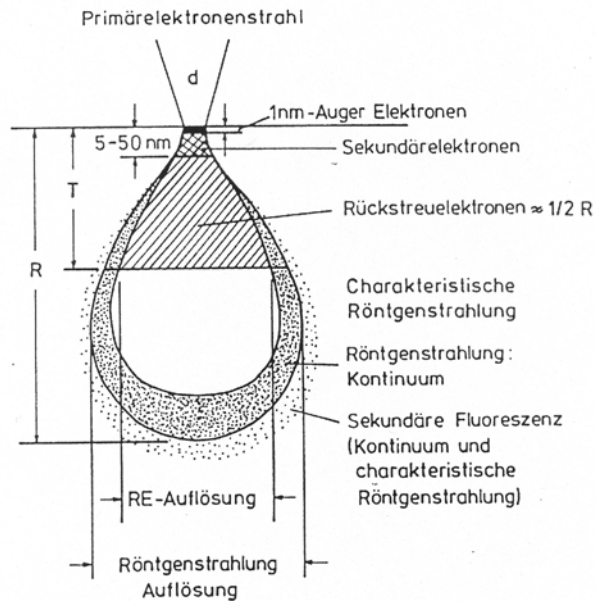


Abb. 9: Das Wechselwirkungsvolumen

R: Reichweite der Primärelektronen (PE)

T: Austrittstiefe der Rückstreuelektronen (RE)

Auflösungsgrenze der RE $\approx 1/2 R$

Auflösungsgrenze der Röntgenstrahlung \approx Wechselwirkungsvolumen

Auflösungsgrenze der sekundären Fluoreszenz $>$ Wechselwirkungsvolumen

2.4.1 Sekundärelektronen (SE)

Sekundärelektronen werden im gesamten Wechselwirkungsvolumen erzeugt, können jedoch nur aus sehr oberflächennahen Bereichen austreten (Abb.10: Austrittstiefe t , für Metalle max. 5nm, Isolatoren max. 50 nm). Mit einer Austrittsenergie ≤ 50 eV sind sie sehr langsam. Etwa die Hälfte aller SE wird in unmittelbarer Nähe des Auftreffpunktes der PE erzeugt (SE 1). Durch die im Probenmaterial diffundierenden Rückstreuelektronen (RE 2) werden aber auch noch in einer Entfernung von 0,1 bis einigen μm vom Auftreffpunkt SE erzeugt (SE 3). Eine dritte Quelle von SE bilden Rückstreuelektronen, die mit der Wand der Probenkammer reagieren (SE 4). Die so entstehende Hintergrundstrahlung bewirkt eine Kontrastverschlechterung, die sich jedoch teilweise auf elektronischem Wege beseitigen lässt.

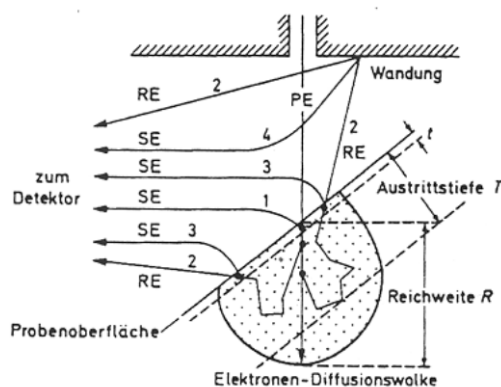


Abb. 10: Entstehung der SE und RE

Mit Hilfe der SE 1 lässt sich die beste laterale Punktauflösung erreichen. Das Signal kann noch verstärkt werden, wenn der Primärstrahl die Proben mit einem Winkel $< 90^\circ$ trifft. Man spricht

dann vom Neigungskontrast. Durchstrahlbare Probenstrukturen wie Spitzen oder Fasern, aber auch Kanten erscheinen durch ihre hohe SE-Ausbeute in Abbildungen sehr hell (Kantenkontrast). Das SE-Signal umfasst alle wesentlichen Informationen über die Topographie und ergibt hochaufgelöste Bilder.

2.4.2 Rückstreuelektronen (RE)

Elektronen, die aus der Probenoberfläche austreten und eine Energie > 50 eV haben, werden als Rückstreuelektronen (RE, engl. BSE) bezeichnet. RE entstehen im gesamten Wechselwirkungsvolumen und in größerer Entfernung vom Auftreffpunkt der PE (Abb. 10). Die Austrittstiefe T beträgt für niedrige Ordnungszahlen ca. die Hälfte der Reichweite R ; für Beschleunigungsspannungen > 20 keV und hohe Ordnungszahlen ist sie geringer (Abb. 9 und 10). Je größer die PE-Energie und je kleiner die Ordnungszahl des Probenmaterials, desto größer wird der Entstehungsbereich der RE und um so schlechter die erreichbare Auflösung. Die Abhängigkeit von der Ordnungszahl des Probenmaterials (Abb. 11) stellt jedoch einen Vorteil dar, da so neben dem Topographiekontrast auch ein Materialkontrast erreicht werden kann, d.h. Graustufen in der Abbildung weisen auf Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung hin.

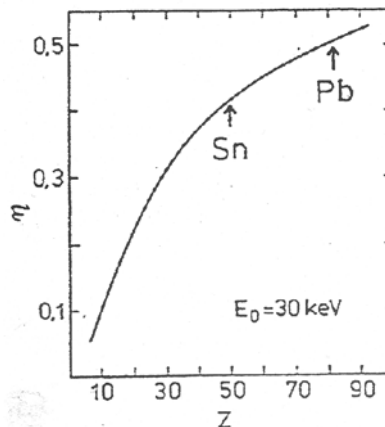


Abb. 11: RE-Ausbeute η in Abhängigkeit von der Ordnungszahl Z

3 Technische Bedeutung

Für die Schadensermittlung ist das REM von großer Bedeutung. Anhand der mikroskopischen Analysen ist die Unterscheidung zwischen Material- und Verarbeitungsfehlern möglich.

Beispielsweise können Einschlüsse von Schlacke in Schweißnähten mit einem Lichtmikroskop nur sehr unsicher identifiziert werden. Im Elektronenmikroskop ergeben jedoch Metall und Schlacke starke Kontrastunterschiede, so dass in Verbindung mit der Röntgenmikroanalyse eine eindeutige Identifizierung möglich ist.

Ein erheblicher Anteil der Aufwendungen von Versicherungen im kommerziellen wie im privaten Bereich wird für Korrosionsschäden an Trink- und Brauchwasserleitungen eingesetzt. Durch elektronenmikroskopische Untersuchungen lassen sich die Ausgangspunkte der Korrosion ermitteln und z.B. fehlerhafte Verbindungsstellen zwischen unterschiedlichen Metallen lokalisieren. Für die Schadensermittlung spielt die Analyse von Brüchen eine wichtige Rolle.

Auch zur Qualitätssicherung und -kontrolle wird das REM eingesetzt, z.B. zur Kontrolle einer gleichbleibenden Oberflächenqualität oder einer definierten Rauigkeit, ebenso in der Halbleiterindustrie zur Kontrolle von Mikroschaltungen und -bauteilen.

In der Medizin und Biologie hat die Elektronenmikroskopie eine enorme Erweiterung der Untersuchungsmöglichkeiten gebracht. Es sind REM mit variablem Kammerdruck entwickelt worden, welche die Untersuchung wasserhaltiger organischer Präparate zulassen. REM mit Feldemissionskathode ermöglicht die Betrachtung nichtleitender Proben bei extrem kleiner Beschleunigungsspannung.

4 Versuchsdurchführung

Geräte: Rasterelektronenmikroskop SEM XL30 (FEI)

Proben: Probe 1 und 2: Bruchflächen

Probe 3: Legierung

Probe 4: Metall

Probe 5: biologisch

Die Proben befinden sich in der Probenkammer des betriebsbereiten REM. Zunächst ist der Heizstrom der Kathode auf Sättigung einzustellen und der Strahl parallel zur optischen Achse auszurichten. Von Proben 1, 2 und 3 sind Abbildungen zu erstellen; wählen Sie die jeweilige Vergrößerung so, dass eine Auswertung möglich ist.

Von Probe 4 sind drei Abbildungen zu erstellen, die erste und zweite mit dem ET-Detektor mit positiver bzw. negativer Kollektorspannung, die dritte mit dem Ringdetektor.

Zur Vertiefung der Kenntnisse wird Probe 5 selbständig bearbeitet.

5 Versuchsauswertung

Beschreiben Sie das Gerät und seine Funktionen!

Beschreiben Sie die einzelnen Arbeitsschritte, die zu einer optimalen Abbildung führen. Erläutern Sie ausführlich den Einfluss, den die Variation verschiedener Parameter wie Scan-Geschwindigkeit, Spot-Größe, Arbeitsabstand usw. auf die Abbildung ausüben!

Beschreiben Sie die Bruchflächen von Probe 1 und 2 und werten Sie Ihre Ergebnisse. Um welche Bruchmechanismen handelt es sich jeweils?

Erläutern Sie sorgfältig die Unterschiede zwischen den drei Abbildungen der Probe 4 unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Detektoreinstellungen!

Für alle Proben gilt: Beschreiben Sie, welche Elektronen zur Abbildung beitragen und um welchen Kontrast es sich handelt!

Die während des Versuchs erworbenen Kenntnisse sind darzustellen, ggf. mit Hilfe der Literatur.

6 Literatur

- L. Reimer, G. Pfefferkorn, *Rasterelektronenmikroskopie*, Springer-Verlag Berlin 1977
- P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, *Electron Microscopy and Analysis*, 3rd Edition, Taylor & Francis, London 2001
- Flegler, Heckman, Klomparens, *Elektronenmikroskopie*, Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg 1995
- E. Macherauch, *Praktikum in Werkstoffkunde*, Verlag Vieweg & Sohn, Braunschweig 1992
- D. R. Askeland, *Materialwissenschaften*, Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg 1996
- E. Hornbogen, B. Skrotzki, *Werkstoffmikroskopie*, Springer Verlag, Berlin 1993
- H. Alexander, *Physikalische Grundlagen der Elektronenmikroskopie*, Teubner Studienbücher, Stuttgart 1997