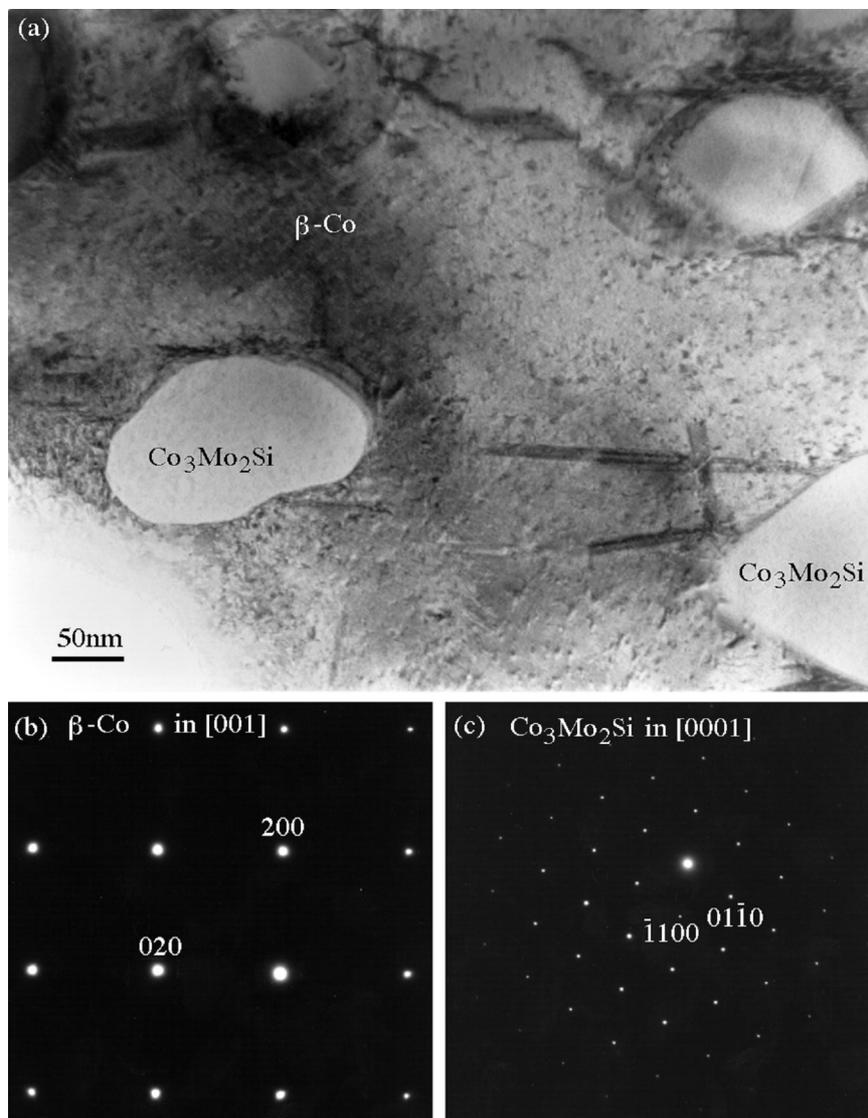


Übung Metallphysik
Sommersemester 2009

Thema:

Transmissionselektronenmikroskopie



Prof. Gerhard Dehm

Inhaltsverzeichnis:

1. Einleitung, Zielsetzung
2. Das Transmissionselektronenmikroskop
3. Kontrastentstehung im TEM
4. Elektronenbeugung
5. Analytische Elektronenmikroskopie
6. Probenpräparation
7. Literatur

1. Einleitung, Zielsetzung

Das Durchstrahlungselektronenmikroskop (Transmissions-Elektronen-Mikroskop, TEM), ist ein in der Materialforschung und -prüfung vielseitig eingesetztes Instrument. Die Anwendungen reichen von konventionellen Metallographieaufgaben (z.B. Korngrößenbestimmung) über Phasenbestimmung, Charakterisierung von Korngrenzen und Versetzungsstrukturen bis hin zu Untersuchungen der atomaren Struktur von Defekten (z.B. Grenzflächen, Versetzungskerne).

Das erfolgreiche Arbeiten am TEM erfordert neben der Kenntnis der Kontrastentstehung vor allem viel Übung. Es würde daher den Rahmen des Praktikums bei weitem sprengen, einzelne Methoden des TEM 'praktisch' kennenzulernen. Es ist also nicht das Ziel des Praktikums, daß die Teilnehmer anschließend selbständig am TEM arbeiten können sollten. Vielmehr soll es dem Studierenden das TEM und vor allem TEM-Aufnahmen 'näher' bringen und verständlich machen.

Zielsetzung

- Der/die Studierende soll ein TEM und eine TEM-Probe identifizieren können.
- Der/die Studierende soll abschätzen können, für welche Fragestellungen TEM-Untersuchungen geeignet sind.
- Der/die Studierende soll eine TEM-Aufnahme und die abgebildeten Strukturmerkmale identifizieren können.
- Der/die Studierende soll ein Beugungsbild indizieren können.
- Der/die Studierende soll eine TEM-Abbildung mit zugehörigem Beugungsbild interpretieren können.

2. Das Transmissionselektronenmikroskop

2.1 Das Grundprinzip der mikroskopischen Methoden

Der Aufbau jedes Mikroskopes sieht im Prinzip wie folgt aus:

- I. An einer Strahlenquelle (z.B. Glühlampe, Elektronenquelle...), wird ein Strahl erzeugt.

- II. Der Strahl wird mittels eines Linsensystems (z.B. optische Linsen, elektromagnetische Linsen...) kontrolliert auf die Probe gerichtet.
- III. Der Strahl tritt mit der Probe in Wechselwirkung (z.B. Reflexion, Beugung...).
- IV. Ein - modifizierter - Teil des Strahls verläßt die Probe
- V. Dieser Strahl wird dann durch ein zweites Linsensystem vergrößert und abgebildet.

Als Ergebnis des Vorganges liegt orts aufgelöste Information über die Probe vor.

2.2 Auflösungsvermögen

Das Auflösungsvermögen ist definiert als der kleinste noch erkennbare Abstand δ zweier benachbarter Punkte. Die Beugungstheorie ergibt für ideale Linsen (d.h. Linsen ohne Linsenfehler)

$$\delta = \frac{0.6\lambda}{\sin\alpha} \approx \frac{0.6\lambda}{\alpha} \quad (1)$$

wobei λ die Wellenlänge und α der Öffnungswinkel/Aperturwinkel der Objektivlinse ist. Die Näherung gilt für die in der Elektronenoptik üblichen kleinen Winkel. Ein Elektronenstrahl kann als Welle aufgefaßt werden, wobei die Wellenlänge durch die Beschleunigungsspannung U der Elektronenquelle bestimmt ist:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mUe}} \quad (2)$$

h ist die Plancksche Konstante, m die Elektronenmasse und e die Elementarladung. Einsetzen der Zahlenwerte ergibt

$$\lambda(\text{\AA}) = \sqrt{\frac{150}{U(V)}} \quad (2b)$$

Für eine Beschleunigungsspannung von 100kV (200kV) ergibt dies eine Wellenlänge von 0.037Å (0.025Å), d.h. fünf Größenordnungen kleiner als sichtbares Licht. Für $v \geq 0.1c$ (c : Lichtgeschwindigkeit) muß allerdings die relativistische Massenänderung in Gleichung (2) berücksichtigt werden:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{[2meU(1 + \frac{eV}{2mc^2})]}} \quad (2c)$$

Linsenfehler

- Astigmatismus (Kreis wird als Ellipse abgebildet)
- Chromatische Aberration (verschiedene Brechkraft für verschiedene Wellenlängen)
- Sphärische Aberration (Öffnungsfehler, d.h. die Brennweite äußerer Linsenzonen ist kleiner als die der inneren Zonen).

Der Astigmatismus wird dadurch hervorgerufen, daß das Linsenfeld nicht ideal rotationssymmetrisch ist. Dieser Fehler tritt stets auf, läßt sich aber durch „Stigmatoren“ korrigieren. Die chromatische Aberration läßt sich durch Stabilisierung der Hochspannung

vermeiden. Es verbleibt der Fehler der sphärische Aberration, der zu folgender Begrenzung des Auflösungsvermögens führt:

$$\delta_s = C_s \alpha^3 \quad (3)$$

C_s ist der Koeffizient der sphärischen Aberration und α der Aperturwinkel. Der Aperturwinkel liegt üblicherweise bei 5-10mrad (10mrad $\approx 0.57^\circ$). Der Koeffizient der sphärischen Aberration C_s liegt für Objektivlinsen herkömmlicher TEM's bei ca. 3mm, bei hochauflösenden TEM's ≤ 1 mm. Diese Länge entspricht in etwa auch der Brennweite der Objektivlinse. Aus der Addition von Gleichung (1) und (3) ergibt sich das effektive Auflösungsvermögen:

$$\delta = \frac{0.6\lambda}{\alpha} + C_s \alpha^3 \quad (4a)$$

Das bei Variation der Apertur α minimal mögliche δ_{min} läßt sich durch Differentiation berechnen und stellt das theoretische Auflösungsvermögen dar:

$$\delta_{min} \approx A \sqrt[4]{C_s \lambda^3} \propto U^{-3/8} \quad (4b)$$

Genauere Berechnungen ergeben für die Konstante A den Wert 0.43. Moderne Mikroskope erreichen nahezu den theoretischen Wert, die praktische Grenze liegt bei etwa 1Å.

2.3 Der Aufbau des TEM

Abb.1 zeigt schematisch den Aufbau des TEM. Die Elektronenquelle (Kathode) emittiert Elektronen, die durch die Potentialdifferenz zwischen Kathode und Anode beschleunigt werden. Durch die Kondensorenlinse wird der Elektronenstrahl auf den Ort der Probe fokussiert. Durch die Objektivlinse und die nachfolgenden Zwischenlinsen erhält man ein vergrößertes Bild. Wichtig ist die Tatsache, daß je nach Einstellung der Zwischenlinse(n) sowohl das direkte Bild als auch das Beugungsbild vergrößert abgebildet werden kann.

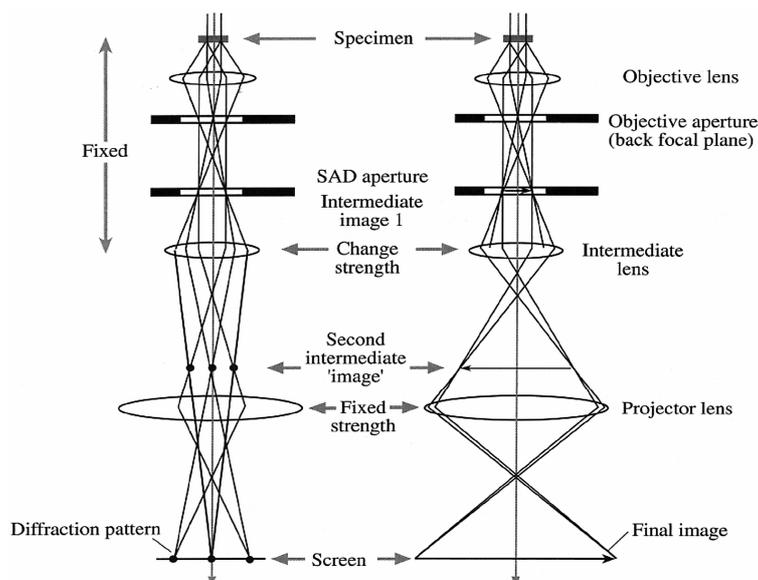


Abb. 1: Strahlengang für die Hellfeldabbildung und die Abbildung des Beugungsbildes.

Eine wesentliche Stärke des TEM beruht darauf, daß stets der Vergleich zwischen Bild und Beugungsbild möglich ist. Dies erlaubt zum einen das gezielte Einstellen von speziellen Kontrastbedingungen, darüber hinaus aber auch die Bestimmung der Kristallographie und Geometrie von Strukturelementen (z.B. Ausscheidungen). Beim Vergleich von Beugungsbild und direkter Abbildung ist die magnetische Rotation zu berücksichtigen, d.h. die direkte Abbildung ist gegenüber dem Beugungsbild verdreht. Der Drehwinkel variiert mit der Vergrößerung und der Kameralänge. In neueren TEM's ist diese Verdrehung zwischen Abbildung und Beugungsbild bereits durch zusätzliche Linsen kompensiert.

2.4 Der Elektronenstrahl in einer kristallinen Probe

Die 'Strahlenbirne:'

Der Elektronenstrahl tritt mit den Atomen des Festkörpers in Wechselwirkung. Dabei werden die Elektronen des Strahls durch Coulomb'sche Wechselwirkung an den Kernen der Atome und/oder den Innerschalenelektronen gestreut. Man unterscheidet zwischen elastischer und inelastischer Streuung. Die elastische Streuung der Strahlelektronen erfolgt in Vorwärtsrichtung und führt zu keinen (nennenswerten) Energieverlust der Strahlelektronen. Im Gegensatz dazu führt die inelastische Streuung zu einem meßbaren Energieverlust der Strahlelektronen. Durch die Streuprozesse (z.B. Rückstreuung, Absorption begleitet von der Emission eines Röntgenquanten oder von Augerelektronen, Herausschlagen von Sekundärelektronen) weitet sich der Strahl auf (→ Strahlbirne, Abb. 2). Um genügend durchstrahlte Intensität zu erhalten, darf die Probe je nach Ordnungszahl nicht dicker als einige 10 nm (schwere Elemente) bis einige 100 nm (leichte Elemente) sein.

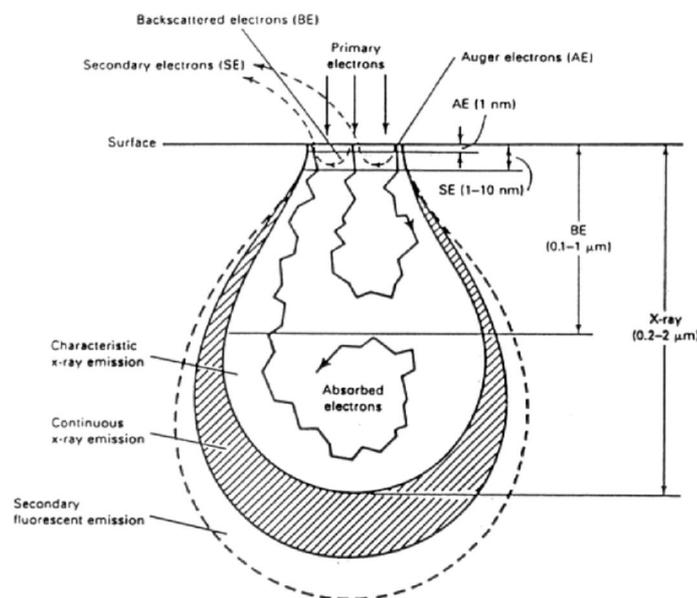


Abb. 2: Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe.

Elastische Streuung (Beugung)

Die Beugung, d.h. elastische Streuung ohne Energieübertrag vom Strahl auf das Material, folgt dem Bragg'schen Gesetz:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (5)$$

wobei n eine natürliche Zahl (für das Hauptmaximum ist $n = 1$), d_{hkl} der Netzebenenabstand der Ebenen (hkl) und θ der Einfallswinkel des Strahls bezüglich (hkl) ist. Für kubische Kristalle gilt

$$d_{hkl} = \frac{a_o}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad , \quad (6)$$

a_o ist die Gitterkonstante.

Inelastische Streuung

Ein Teil des einfallenden Strahls wird inelastisch gestreut, d.h. es wird Energie von den Elektronen des Strahls auf die Probe übertragen, wodurch sich die Wellenlänge ändert. Die inelastische Streuung ist diffus. Die inelastischen Streuprozesse stellen die Grundlage der analytischen Elektronenmikroskopie dar (siehe §5). Analytische TEM verwenden zumeist energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX oder EDS: energy-dispersive X-ray spectroscopy) oder Elektronen-Energieverlust-Spektroskopie (EELS: electron energy-loss spectroscopy), um Informationen über die chemischen Zusammensetzung der Probe zu erhalten.

3. Kontrastentstehung im TEM

3.1 Die direkte Abbildung, Hellfeldbild und Dunkelfeldbild

Bei kristallinen Proben wird dem einfallenden Strahl ein Teil seiner Intensität durch Beugung entnommen. Dadurch wird die Intensität des abbildenden Strahls (Primärstrahl) kleiner als die Intensität des einfallenden Strahls:

$$I_p = I_o - I_b \quad (7)$$

I_o ist die Intensität des einfallenden Strahls und I_p die Intensität des Primärstrahls, I_b ist die Intensität aller abgebeugter Strahlen. Eine Abbildung von durchstrahlten Kristallen wird häufig dadurch erzeugt, daß nur der Primärstrahl zur Abbildung verwendet wird, während alle abgebeugten Strahlen durch die Aperturblende aufgefangen werden. Kontrast, d.h. Variationen in I_p entsteht demnach dann, wenn an verschiedenen Stellen in der Probe (z.B. unterschiedlich orientierte Körner) unterschiedlich viel Intensität abgebeugt wird, d.h. die Beugungsbedingungen verschieden sind. Man spricht deshalb von *Beugungskontrast*..

Für einen guten Kontrast ist demnach eine diskrete Beugung - also die elastische Streuung - vorteilhaft. Die diffuse, inelastische Streuung führt zu einer Kontrastschwächung und sollte daher vermieden werden. Dies wird durch die Verwendung von extrem dünnen

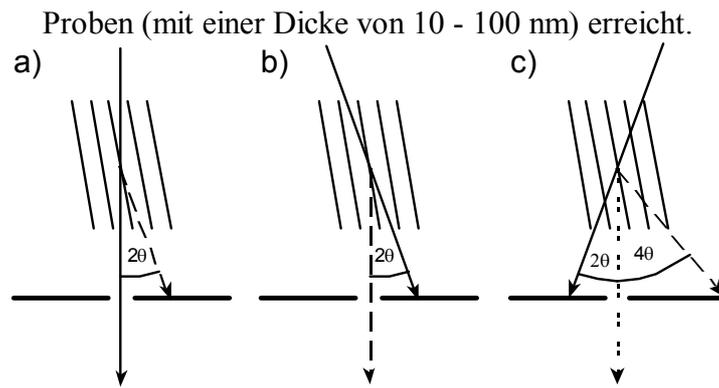


Abb. 3: Verschiedene Möglichkeiten der Erzeugung von Abbildungen: (a) Hellfeldabbildung durch Verwendung des Primärstrahls, (b) Dunkelfeldabbildung mit Hilfe eines abgebeugten Strahls, (c) weak beam Abbildung durch Verwendung eines schwach angeregten Nebenmaximum der Braggbeugung.

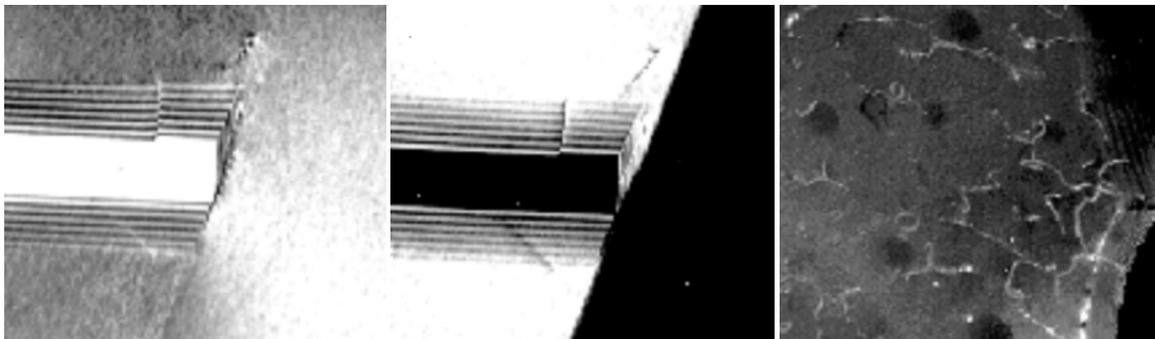


Abb. 4: (a) Hellfeldbild eines Rekristallisationszwillings in austenitischem Stahl an einer Korngrenzen; (b) Dunkelfeldbild zu (a). (c) Weak beam Abbildung von Versetzungen in Aluminium (Aufnahmen: P. Müllner).

Wie bereits erwähnt, müssen die abgebeugten Strahlen mit einer Blende (der Objektivblende) abgeschirmt werden (Abb. 3a, 4a), um einen guten Kontrast zu erhalten. Das auf diese Weise entstehende Bild wird *Hellfeldbild* (HF-Bild) genannt. Verwendet man zur HF-Abbildung neben dem Primärstrahl auch noch mehrere abgebeugte Strahlen, spricht man vom Vielstrahlfall. Beim Zweistrahlfall wird der Kristall dagegen so gekippt, daß neben dem Primärstrahl nur noch ein stark angeregter abgebeugter Strahl vorliegt. Dieser Fall wird meist für Kontrastrechnungen benutzt. Im Gegensatz zum HF-Bild, kann die Blende auch so eingeführt werden (beziehungsweise der einfallende Strahl so abgelenkt werden), daß lediglich ein abgebeugter Strahl zur Abbildung verwendet wird. In diesem Fall ist das Bild nur an den Stellen hell, wo sich die Probe in der entsprechenden Beugungsbedingung befindet (Abb. 3b, 4b). Probenbereiche, die im HF-Bild hell erscheinen, sind hier dunkel. Man spricht deshalb auch von *Dunkelfeldbild* (DF-Bild). Wenn nicht das erste Beugungsmaximum (Hauptmaximum, $n = 1$) sondern ein schwaches Nebenmaximum ($n > 1$) verwendet wird, spricht man von einer 'weak beam' Abbildung (WB, Abb. 3c, 4c).

3.2 Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM)

In der Technik der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM, oder HREM: high resolution transmission electron microscopy) wird das theoretische Auflösungsvermögen nahezu vollständig ausgeschöpft (Abb. 5). Mit HRTEM lassen sich bei Einstrahlung in niedrig indizierte Zonenachsen die dreidimensionalen Gitterstrukturen der Probe als zweidimensionale Projektion von Atomsäulen (nicht einzelner Atome!) abbilden. Daher werden HRTEM-Bilder auch als Gitterabbildungen bezeichnet. Die Kontrastentstehung in Gitterabbildungen beruht auf der Interferenz zwischen durchgehendem Strahl (Primärstrahl) und den abgebeugten Strahlen. Aufgrund des Auflösungsvermögens von ca. $1\text{-}2\text{\AA}$ muß die Einstrahlung in eine niedrig indizierte Zonenachse des Kristalls erfolgen, damit die Netzebenenabstände der Atomsäulen noch innerhalb des Auflösungsvermögens liegen.

Eine direkte Interpretation der Atompositionen in HRTEM-Aufnahmen ist zumeist wegen der durch Linsenfehler, Defokus und Probendicke hervorgerufenen Phasenverschiebungen der Elektronenwellen nicht möglich: je nach Dicke und Defokus erscheinen Atomsäulen als helle oder dunkle „Flecken“. Zur korrekten Interpretation der Bilder ist deshalb ein Vergleich mit Bildsimulationen (Kontrastsimulation am Computer) notwendig. Der Bildsimulation liegen atomare Modellstrukturen zugrunde. Zusätzlich muß die Probendicke, Defokuswert, sphärische Abberation und Beschleunigungsspannung in der Simulation berechnet bzw. berücksichtigt werden. Das simulierte Bild wird mit dem experimentellen Bild verglichen, und durch Änderung der Parameter (Position der Atomsäulen, Probendicke, Defokus) optimiert, bis die Übereinstimmungen zwischen simuliertem und experimentellen Bild nicht mehr verbessert werden kann. Aus der Bildsimulation erhält man dabei die Positionen der Atomsäulen und kann so Informationen über den atomaren Aufbau von Defekten, wie z.B. Korngrenzen oder Grenzflächen gewinnen.

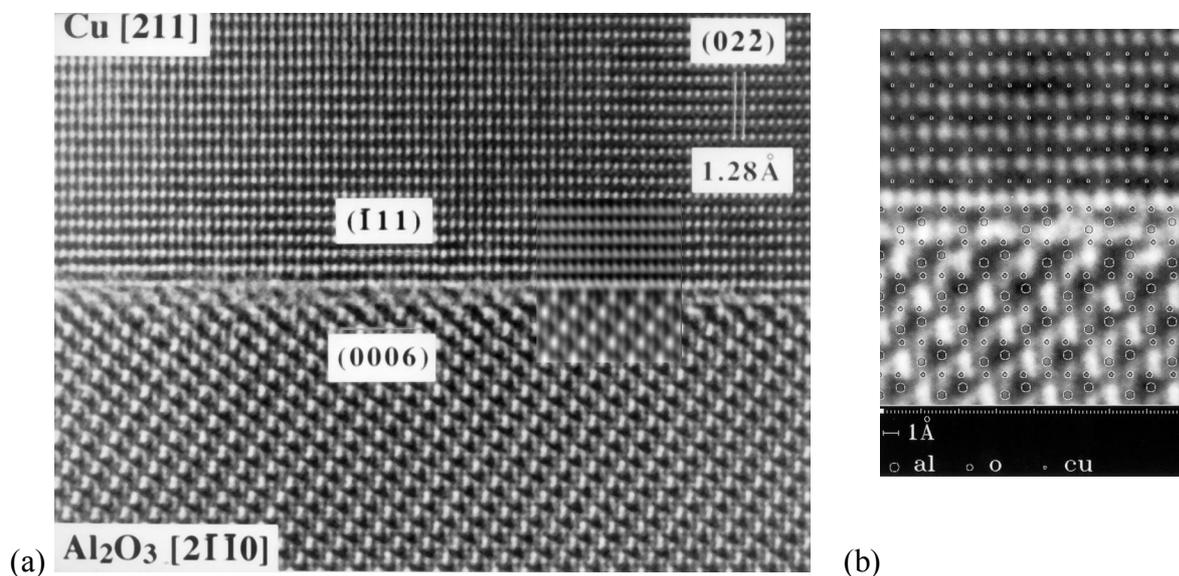


Abb. 5: (a) Gitterabbildung der Grenzfläche zwischen einer Cu-Schicht und einem Al₂O₃-Substrat in $[211]$ Cu-Zonenachse, bzw. $[2110]$ Al₂O₃-Zonenachse. Im experimentellen Bild ist eine Simulation der Grenzfläche eingefügt. (b) In dem vergrößerten Ausschnitt des experimentellen Bildes der Cu/Al₂O₃-Grenzfläche sind die Positionen der Atomsäulen, die durch die Bildsimulation bestimmt wurden, eingezeichnet. Direkt an der Grenzfläche endet das Al₂O₃-Substrat mit Sauerstoffionen.

4. Elektronenbeugung

Die Kenntnis der Beugungserscheinungen ist eine Voraussetzung zum erfolgreichen Arbeiten auf dem Gebiet der TEM. In diesem Abschnitt werden kurz einige grundlegende Eigenschaften der Elektronenbeugung im TEM aufgezeigt werden. Es ist im Rahmen dieses Skriptes allerdings nicht möglich, die Beugungstheorie detailliert wiederzugeben.

4.1 Die Grundformel

Während Röntgenstrahlen an der Elektronenhülle der Atome gestreut werden, findet die Streuung von Elektronen am abgeschirmten Coulombpotential der Atomkerne statt. Dadurch werden die Elektronen in viel stärkerem Maße als Röntgenstrahlen gestreut. Trotz der Unterschiede zwischen Elektronen und Röntgenstrahlen können die geometrischen Voraussetzungen für die Beugung von Elektronen analog zur Röntgenbeugung beschrieben werden.

Durch die kurze Wellenlänge der Elektronen (siehe Gl. 2) folgt allerdings, daß der Beugungswinkel θ bei der Beugung von Elektronenstrahlen klein ist (siehe Gl. 5), d.h. in der Regel $\leq 2^\circ$. Die beugenden Ebenen liegen also fast parallel zum einfallenden Elektronenstrahl. Für kleine Winkel θ können wir die Näherung $\tan \theta \approx \sin \theta \approx \theta$ benutzen. Wir betrachten eine Ebene (hkl) der Probe, die sich in Bragglage für den einfallenden Elektronenstrahl befindet (Abb. 6). Im Abstand L von der Probe befindet sich ein Leuchtschirm (wobei $L \gg d_{hkl}$). Der Durchstoßpunkt des Primärstrahls mit der Schirmebene sei $P_o = (000)$. Der Durchstoßpunkt des abgebeugten Strahls mit der Schirmebene P_{hkl} ist dann gleich dem Spiegelbild von P_o bezüglich der Spur von d_{hkl} auf der Bildschirmebene. Infolge des kleinen Betrages des Winkels θ folgt aus Abb. 6, daß $2\theta = R_{hkl} / L$ ist. Damit läßt sich die Braggsche Gleichung (Gl. 5) darstellen als:

$$\lambda L = R_{hkl} d_{hkl}. \quad (8)$$

Das Produkt λL ist für die vorliegenden monoenergetischen Elektronen konstant und wird als *Kamerakonstante* bezeichnet. Gl. (8) ist die Grundformel, die zum Auswerten von Beugungsbildern verwendet wird.

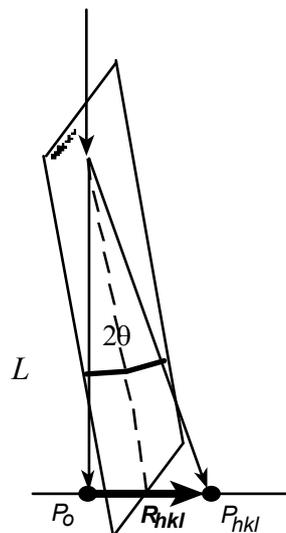


Abb. 6: Schematische Darstellung zur Ableitung der Grundformel der Elektronenbeugung.

4.2 Das Beugungsbild als annäherungsweise ebener Schnitt des reziproken Gitters

Wir vergleichen die obenstehende Konstruktion mit der Definition des reziproken Gitters:

Man stellt sich das aus den Gitteratomen aufgebaute *reale Gitter* mit den Netzebenen (hkl) der Netzebenenabstände d_{hkl} im Ursprung eines Koordinatensystems vor. Diesem realen Gitter wird nun ein System von Punkten - das *reziproke Gitter* - auf folgende Weise eindeutig zugeordnet. Jeder Netzebenenschar (hkl) wird ein Punkt g_{hkl} zugeordnet, dessen Abstand zum Ursprung des Koordinatensystems $g_{hkl} = 1/d_{hkl}$ ist, und der auf der Normalen der Netzebenenschar (hkl) liegt¹. Jeder Beugungspunkt repräsentiert also den reziproken Gitterpunkt der zugehörigen reflektierenden Netzebenenschar (hkl). Das ganze Beugungsbild entspricht (aufgrund der kleinen Beugungswinkel) annäherungsweise einem ebenen Schnitt durch das reziproke Gitter senkrecht zum Primärstrahl (vergleiche Gl. (*4) und Gl. 8). Punkte des Reziproken Gitters werden *Reelpunkte* genannt.

In der kinematischen Theorie² der Beugung wird die Streuamplitude A mit folgender Grundformel beschrieben:

$$A(\mathbf{k}) = \sum_n f_n e^{2\pi i(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)\mathbf{r}_n} \quad (9)$$

dabei ist n die Zahl der Atome, \mathbf{k} die Streurichtung (im reziproken Raum, s. unten), \mathbf{k}_0 die Einstrahlrichtung, f_n der Atomformfaktor und \mathbf{r}_n ein Gittervektor. Um der mathematischen Handhabbarkeit Willen kann die Summe in ein Integral umgeformt werden, wenn anstatt Atome Elementarbereiche mit dem Volumen V_0 und dem Streufaktor $f(\mathbf{r})$ betrachtet werden:

$$A(\mathbf{k}, K) = \frac{1}{V_0} \int_K f(\mathbf{r}) e^{2\pi i(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)\mathbf{r}_n} dV \quad (10)$$

Diese Lösung gibt also die Streuamplitude als Funktion der folgenden unabhängigen Variablen an:

- die Form des Kristalls K
- die Orientierung des Kristalls (Lage der \mathbf{r}_n in Bezug auf \mathbf{k}_0)
- die Streurichtung \mathbf{k} , in der die Streuintensität registriert wird.

Für den Fall reiner Metalle, also wenn nur eine Atomsorte vorliegt, kann Gl. (10) weiter vereinfacht werden:

$$A(\mathbf{k}, K) \propto \int_K e^{2\pi i(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)\mathbf{r}_n} dV \quad (11)$$

Die Streuamplitude hat also immer genau dann ein lokales Maximum, wenn $(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)\mathbf{r}$ eine ganze Zahl ist, da dann die Exponentialfunktion den Wert 1 annimmt. Dies ist immer dann der Fall, wenn $(\mathbf{k}-\mathbf{k}_0)=\mathbf{g}$ ein Gittervektor des reziproken Gitters ist (Gl. (*3)).

Einschub

¹Einige Eigenschaften des reziproken Gitters:

Die Gitterparameter des realen Gitters seien \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} . Die Gitterparameter im reziproken Gitter \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* sind dann gegeben durch:

$$\mathbf{a}^* = \frac{\mathbf{b} \times \mathbf{c}}{\mathbf{a}(\mathbf{b} \times \mathbf{c})}, \quad \mathbf{b}^* = \frac{\mathbf{c} \times \mathbf{a}}{\mathbf{b}(\mathbf{c} \times \mathbf{a})}, \quad \mathbf{c}^* = \frac{\mathbf{a} \times \mathbf{b}}{\mathbf{c}(\mathbf{a} \times \mathbf{b})} \quad (*1)$$

Das reziproke Gitter hat reziproke Längeneinheiten (\AA^{-1}). Es seien \mathbf{r} und \mathbf{g} Vektoren des realen und des reziproken Gitters:

$$\mathbf{r} = m\mathbf{a} + n\mathbf{b} + p\mathbf{c}, \quad \mathbf{g} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^* \quad (*2)$$

Aus Gl. (*1) und (*2) folgt direkt, daß das Produkt eines realen Gittervektors und eines reziproken Gittervektors eine dimensionslose ganze Zahl ist:

$$\mathbf{r} \cdot \mathbf{g} = mh + nk + pl \in \mathbf{Z} \quad (*3)$$

Es folgt zudem direkt aus der Definition des reziproken Gitters:

$$|\mathbf{g}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (*4)$$

²in der kinematischen Theorie werden folgende Annahmen getroffen:

- Es findet ausschließlich elastische Wechselwirkung des Strahls mit der Probe statt.
- Die abgebeugte Intensität ist klein verglichen mit der Primärstrahlintensität: $I_b \ll I_o$.

Sind diese Annahmen nicht mehr erfüllt, muß eine quantenmechanische Berechnung des Durchgangs der Elektronenwelle durch den Kristall erfolgen. Dies geschieht in der dynamischen Theorie.

4.3 Die Ewaldkugel

Es stellt sich die Frage nach der physikalischen Bedeutung der obigen Aussage. Eine anschauliche Interpretation ergibt sich aus der Konstruktion der Ewaldkugel (Abb. 7): Man zeichnet zunächst den Vektor \mathbf{k}_o des einfallenden Strahls, der definitionsgemäß die Länge $1/\lambda$ hat und betrachtet dessen Spitze als Ursprung O^* des reziproken Gitters von K . Nun schlägt man um den Ausgangspunkt von \mathbf{k}_o eine Kugel mit dem Radius der Länge dieses Vektors. Dies ist die Ewaldkugel. Ein Maximum von A tritt genau dann auf, wenn zufällig ein reziproker Gitterpunkt \mathbf{g} genau auf der Kugeloberfläche liegt. Dann ist nämlich $(\mathbf{k} - \mathbf{k}_o) = \mathbf{g}$, d.h. ein Vektor des reziproken Gitters. Man erkennt zudem, daß dann die Ebenen (hkl) genau in Bragg'scher Reflexionsstellung ist: diese Ebenen stehen senkrecht auf \mathbf{g} , und es folgt

$$\sin \theta = \frac{|\mathbf{g}_{hkl}|}{2|\mathbf{k}_0|} = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \quad (12)$$

Somit lautet die Braggsche Beugungsbedingung in der Nomenklatur des reziproken Gitters:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g} \quad (13)$$

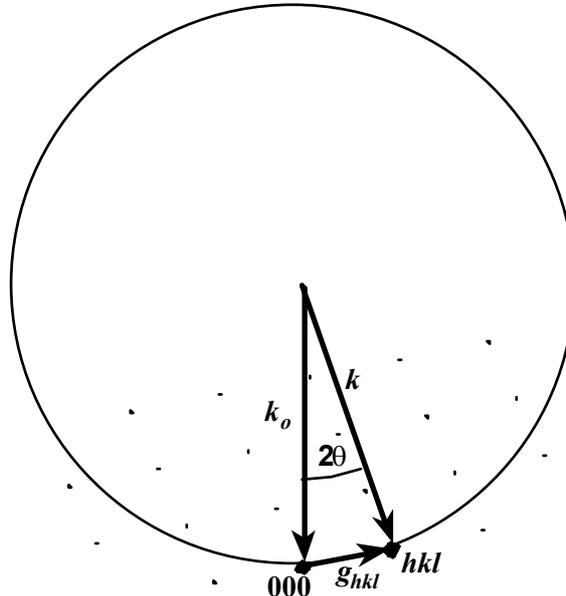


Abb. 7: Ewaldkonstruktion: bei exakt erfüllter Braggbedingung ist die Differenz der Wellenvektoren gleich einem reziproken Gittervektor.

4.4 Intensität der Reflexe, endliche Abmessung der Probe

Nicht alle reziproken Gitterpunkte eines Kristalls werden von dem einfallenden parallelen Elektronenstrahl gleich gut getroffen. Es treten vielmehr Abweichungen von den idealen Braggbedingungen (Gl. 13) auf, die durch einen zusätzlichen Vektor \mathbf{s} mit der Dimension einer reziproken Länge gekennzeichnet werden ($s \sim \Delta\theta$). Die geometrische Situation solcher etwas außerhalb der Ewaldkugel liegenden Punkte kann im reziproken Raum folgendermaßen beschrieben werden:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g} + \mathbf{s} \quad (14)$$

Die Intensität eines Beugungsreflexes steht in direktem Zusammenhang mit \mathbf{s} . Die Intensität nimmt ab, wenn \mathbf{s} zunimmt.

Bei nicht exakter Bragglage muß nun in Gl. (11) $\mathbf{k} - \mathbf{k}_0$ durch $\mathbf{g} + \mathbf{s}$ ersetzt werden. Da $\mathbf{g} \cdot \mathbf{r}$ immer eine ganze Zahl ist, können wir die Amplitude auch als Funktion von \mathbf{s} darstellen und Gl. (11) wird zu

$$A(\mathbf{s}, K) \propto \int_K e^{2\pi i(\mathbf{g} + \mathbf{s}) \cdot \mathbf{r}} dV = \int_K e^{2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}} e^{2\pi i \mathbf{s} \cdot \mathbf{r}} dV = f(\theta) \int_K e^{2\pi i \mathbf{s} \cdot \mathbf{r}} dV \quad (15)$$

Wir betrachten nun einen Probenkristall der Form eines Parallelepipeds mit den Abmessungen α , β und γ . Wir führen ein kartesisches Koordinatensystem parallel zu den Kanten des Epipeds ein, \mathbf{s} habe die Komponenten s_x , s_y und s_z , und die Atomlagen \mathbf{r} die Komponenten x , y und z . Dann hat Gl. (15) die Form

$$A(\mathbf{s}) \propto \int_{-\alpha/2}^{\alpha/2} \int_{-\beta/2}^{\beta/2} \int_{-\gamma/2}^{\gamma/2} e^{2\pi i(s_x x + s_y y + s_z z)} dx dy dz \quad (16)$$

und wir erhalten

$$A(\mathbf{s}) \propto \frac{\sin(\pi s_x \alpha)}{\pi s_x} \cdot \frac{\sin(\pi s_y \alpha)}{\pi s_y} \cdot \frac{\sin(\pi s_z \gamma)}{\pi s_z} \quad (17)$$

Die Intensität ist proportional dem Quadrat der Amplitude. Betrachten wir die Streuintensität z.B. bei $s_y = s_z = 0$, so erhalten wir

$$I_b(s_x) \propto \left(\frac{\sin(\pi s_x \alpha)}{\pi s_x} \right)^2 \quad (18)$$

Gl. (18) ist in Abb. 9 dargestellt. Der größte Teil der Streuintensität liegt im Hauptmaximum bei $s_x = 0$ mit der Halbwertsbreite $1/\alpha$.

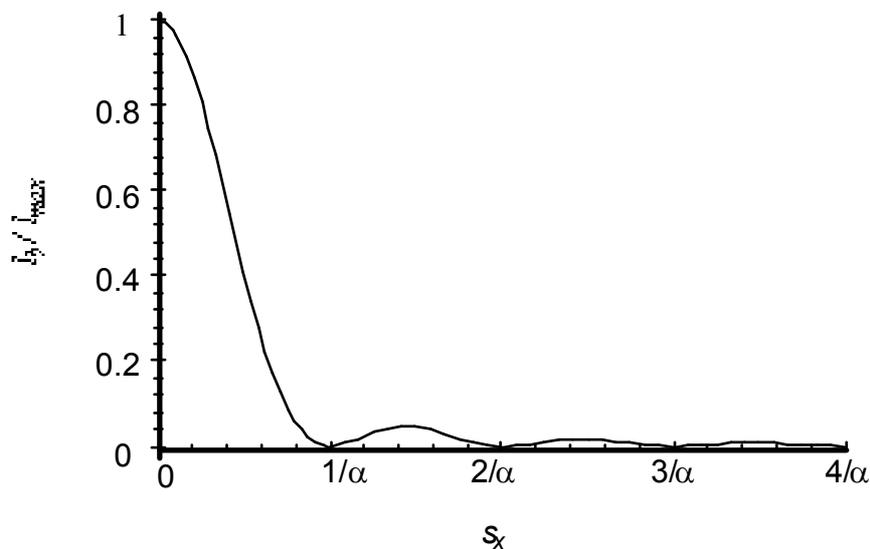


Abb. 9: Gebeugte Intensität nahe der exakten Bragglage, $s_y = s_z = 0$

Somit hat jedes Beugungsmaximum einer endlichen Streuquelle (Probe) endliche Abmessungen, die umgekehrt proportional der Probenabmessungen sind. Im Spezialfall einer dünnen Platte/Folie mit $\beta = \gamma = \infty$ sind die Relpunkte zu Stäben (Relstab, streak) entartet, die senkrecht auf der Folienebene stehen und etwa die Länge $2/\alpha$ haben. Reflexion tritt für alle diejenigen durch den Vektor \mathbf{k} auf der Ewaldkugel definierten Stellen auf, in denen die Ewaldkugel einen solchen Stab schneidet.

Bemerkung: Die Ewaldkugel schneidet einen Relstab oft nicht in seinem Mittelpunkt. Der zugehörige Reflex gibt also oft nicht exakt den Ort des Relpunktes wieder. Somit können Bestimmungen von Gitterkonstanten und Orientierungsbeziehungen oft nur mit einer Genauigkeit von einigen Prozent durchgeführt werden. Gitterkonstanten werden in der Regel mit anderen Methoden bestimmt (Röntgenbeugung).

4.5 Zweistrahlfall und Vielstrahlfall

Kippt man die Probe so, daß eine Netzebenenchar die Braggbedingung genau erfüllt, enthält das Beugungsbild nur zwei starke Reflexe (Abb. 8): den durchgehenden Primärstrahl und den abgebeugten Strahl g_{hkl} . Dieser *Zweistrahlfall* wird zur Analyse von Versetzungen verwendet. *Bemerkung:* Im *Zweistrahlfall* ist die gebeugte Intensität vergleichbar der Primärstrahlintensität. Die Bedingungen der kinematischen Theorie sind somit nicht erfüllt. Die dynamische Theorie (auf die hier nicht weiter eingegangen wird) ist hier eine bessere Näherung.

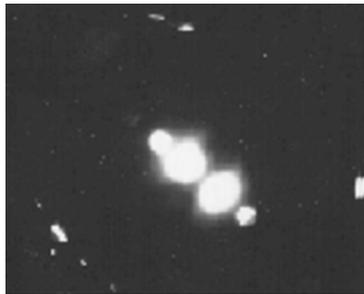


Abb. 8: Beugungsbild von austenitischem Stahl: eine $\{111\}$ Ebene erfüllt exakt die Braggbedingung (Aufnahme: P. Müllner).

Als *Vielstrahlfall* (auch *Lauebedingung*) wird die Beugungsbedingung bezeichnet, wo eine niedrig indizierte Zonenachse parallel zum Primärstrahl ist. Hier liegt neben dem Ursprung kein Relpunkt exakt auf der Ewaldkugel, keine Ebene befindet sich exakt in Bragglage. Aber alle Ebenen, die die Strahlrichtung enthalten, weichen nur wenig davon ab, die entsprechenden Relpunkte liegen knapp außerhalb der Ewaldkugel. Liegt nun die Probe senkrecht zur Primärstrahlrichtung, so sind die Relpunkte zu Stäben entartet, die normal auf der Bildschirmebene stehen. Eine größere Anzahl dieser Stäbe (bis zu einigen Dutzend) wird von der Ewaldkugel geschnitten und bildet Reflexe (Abb. 10).

Der Vielstrahlfall findet besonders bei der Untersuchung der Kristallographie von Defekten/Strukturen vielseitige Anwendung. Zudem werden diese Beugungsbedingungen auch für HRTEM Untersuchungen der atomaren Struktur (Gitterabbildungen) benötigt.

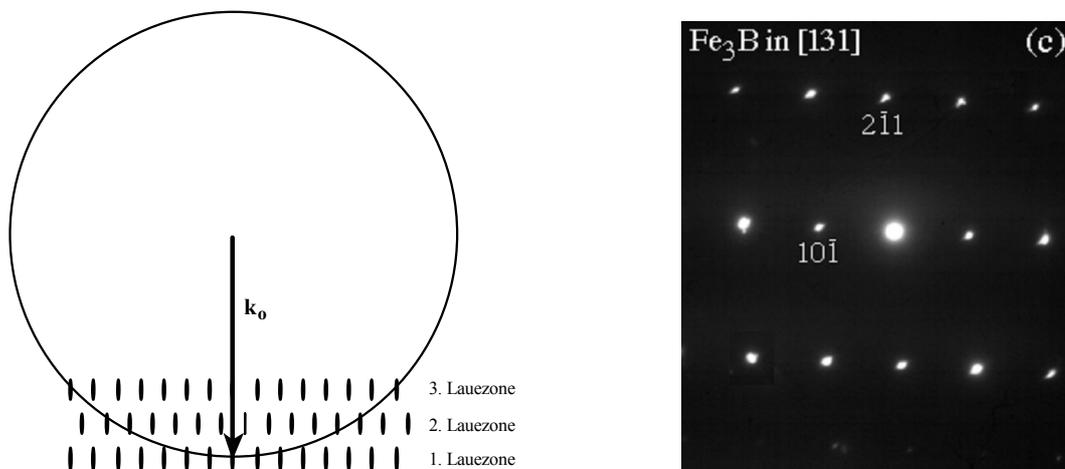


Abb. 10: a) Ewaldkonstruktion für den Vielstrahlfall: Intensitätsmaxima erscheinen, wo die Ewaldkugel von Relstäben geschnitten wird: b) Beugungsbild von Fe₃B in $[131]$ Zonenachse.

4.6 Die Extinktionslänge

Betrachten wir nochmals Gl. (18). Jetzt halten wir s_x konstant und variieren die Probendicke α . Die Intensität des gebeugten Strahls verschwindet für $\alpha = n/s_x$ ($n =$ ganze Zahl). Die Länge $1/s_x$ heißt Extinktionslänge¹:

$$t_g = \frac{1}{s} \quad (19)$$

Im HF-Bild keilförmig endender Proben spiegelt sich die Extinktionslänge im Auftreten der sogenannten *Dickenkonturen* wider. Dieser Effekt kann zur Dickenbestimmung von TEM-Proben verwendet werden.

Eine sehr nützliche Folge der Extinktionslänge bzw. der Dickenkonturen ist die Kontrastbildung an *Korngrenzen*: Liegt eine Korngrenze schief in der Probe (und schief zum Primärstrahl), so werden zwei Kristalle durchstrahlt. Betrachten wir die Situation wo einer der Kristalle (Kristall 1) nahe der Bragglage ist, der andere (Kristall 2) weit davon entfernt. Dann trägt nur Kristall 1 zur Beugungsintensität bei und entsprechend der Extinktionslänge treten Dickenkonturen auf. Dies gilt auch für schief liegende *Stapelfehler*. Hier ist der Grund für die Dickenkonturen aber ein anderer: sie werden durch eine Phasenverschiebung am Ort des Stapelfehlers hervorgerufen.

4.7 Kikuchilinen

In dickeren Proben erfolgt neben der elastischen Streuung der Elektronen auch inelastische Streuung. Die inelastische Streuung nimmt mit zunehmender Probendicke zu. Während die elastische Streuung bei kristallinen Proben zu den diskreten Maxima der Braggschen Beugung führt, erfolgt die inelastische Streuung diffus in alle Richtungen. Die diffuse Streuung besitzt maximale Intensität in Primärstrahlrichtung und verliert mit zunehmenden Winkel an Intensität ($I_\alpha > I_\beta$ falls $\beta > \alpha$). Die inelastisch gestreuten Elektronen können nun als neue „Primärstrahlen“ wirken und wiederum Braggsche Reflexion an Netzebenen verursachen. Diese „Primärstrahlen“ treffen aus allen Richtungen auf die Netzebene und werden an der Netzebene unter den Braggschen Bedingungen reflektiert, wenn sie unter dem Winkel θ ein- und austreten und symmetrisch um die Netzebenennormale, d.h. auf einem Kegelmantel, liegen. Infolge der Kleinheit des Winkels θ erscheint der Kegelschnitt dieser Interferenz mit der Bildebene (Fotoplatte) auf dieser als Gerade. Die Netzebene (hkl) in Abb. (11) erhält von der einen Seite vom „Primärstrahl“ I_α Intensität unter dem Braggschen Winkel θ , auf der anderen Seite erhält die selbe Netzebene (hkl) aber auch unter dem Winkel θ Intensität vom „Primärstrahl“ I_β . Der Winkel zwischen dem in die Probe einfallenden Primärstrahl I_0 und den durch diffuse Streuung entstanden Primärstrahlen I_α bzw. I_β beträgt α bzw. β . Da die Intensität vom Winkel abhängt entsteht durch I_α eine helle Kikuchilinie und durch I_β eine dunkle Kikuchilinie (siehe Abb. 11).

¹ Nach der kinematische Theorie wird die Extinktionslänge für die exakte Bragglage unendlich. In der Bragglage sind aber die Bedingungen der kinematischen Theorie nicht erfüllt. Nach der dynamische Theorie ist auch hier die Extinktionslänge endlich, was sich in Form von ausgeprägten Dickenkonturen bestätigt.

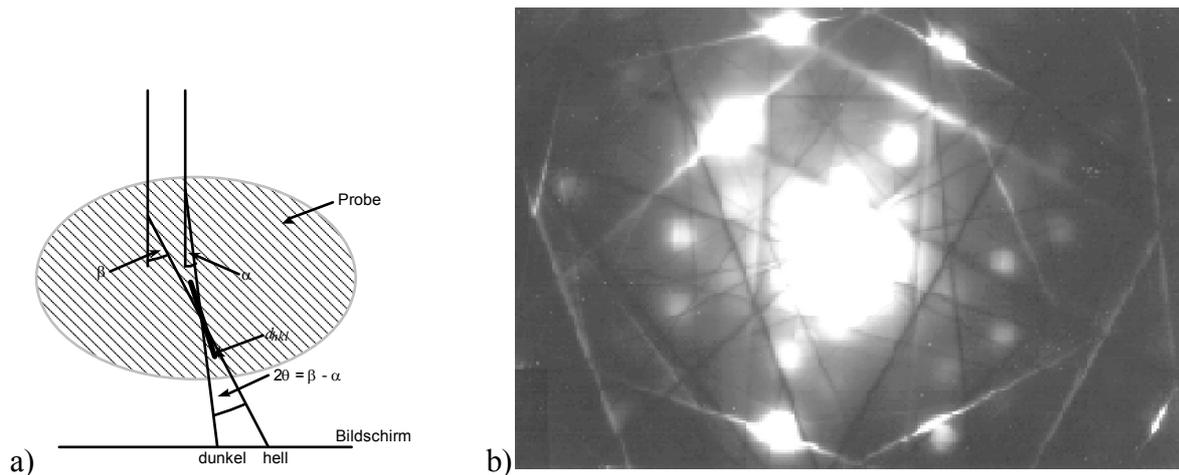


Abb. 11: a) Schema zur Entstehung der Kikuchiliniien; b) Kikuchiliniien an einer hochindizierten Zonenachse.

Die Kikuchiliniien haben mehrfache, sehr nützliche Anwendungen:

- Die Kikuchiliniien sind nicht nur in einzelnen Punkten nahe dem Primärstrahl sondern kontinuierlich über den ganzen Bildschirm sichtbar. Beim Kippen der Probe im Probenhalter bewegen sich die Kikuchiliniien mit. Dadurch erhält man ein Gefühl für die Orientierung der Probe und die ausgeführte Kippbewegung. Es lassen sich auf diese Weise sehr einfach gezielt Beugungsbedingungen einstellen.
- Die Kikuchiliniien geben die exakte Orientierung des Kristalls wieder. Die Genauigkeit der Orientierungsbestimmung ist hier durch die Linienbreite gegeben und liegt in der Größenordnung von ca. 0.1%.
- Der Abstand des Primärstrahlreflexes von der dunklen Linie ist annähernd der Abweichungsparameter s , der somit meßbar ist. Dies führt direkt zur Extinktionslänge und ermöglicht damit die Bestimmung der Probendicke.

4.8 Doppelbeugung

Auftreten 'verbotener' Reflexe, Satelliten

Grundsätzlich kann ein abgebeugter Strahl ein zweites Mal am Gitter gebeugt werden (und auch öfter). Um dabei einen registrierbaren Effekt hervorzurufen, muß die abgebeugte Intensität vergleichbar der Primärstrahlintensität sein.

Bei mehrfacher Beugung eines Strahles ergibt sich der resultierende Reflex als Linearkombination der einzelnen Reflexe jedes Beugungsereignisses. Somit wird das Beugungsbild eines Kristalles mit einatomiger Basis durch Mehrfachbeugung auf sich selbst abgebildet. Zusätzliche Reflexe können bei einer mehratomigen Basis auftreten, wenn diese

Auslöschungen aufweist.² Ein doppelgebeugter Strahl kann am Ort einer Auslöschung im einfachen Beugungsbild einen 'verbotenen' Reflex erzeugen.

Eine zweite Möglichkeit ergibt sich, wenn zwei Kristalle (oder viele Kristalle in nur zwei verschiedenen Orientierungen) im durchstrahlten Bereich vorliegen. Beispiele dafür sind Zwillinge, Martensitlamellen und Ausscheidungen mit einer festen Orientierungsbeziehung zur Matrix. Im letztgenannten Fall führt die Doppelbeugung zu sogenannten *Satellitenreflexen*.

4.9 Konvergente Beugung

Bei der konvergenten Beugung wird der Strahl nicht parallel auf die Probe gerichtet sondern wie der Name sagt, konvergent auf der Probe fokussiert. Der Strahl ist also eigentlich ein Strahlenbündel, d.h. es liegt eine Vielzahl verschiedener Wellenvektoren k vor und somit befinden sich viele Ebenen in Bragglage. Die Beugungsmaxima bilden entsprechend runde Scheiben (Abb. 12). Innerhalb dieser Scheiben werden die sogenannten Holzlinien abgebildet. Diese enthalten die vollständige Information der Kristallstruktur. Mit ihnen können die Gitterkonstanten mit einer Genauigkeit von 0.01 Prozent bestimmt werden.

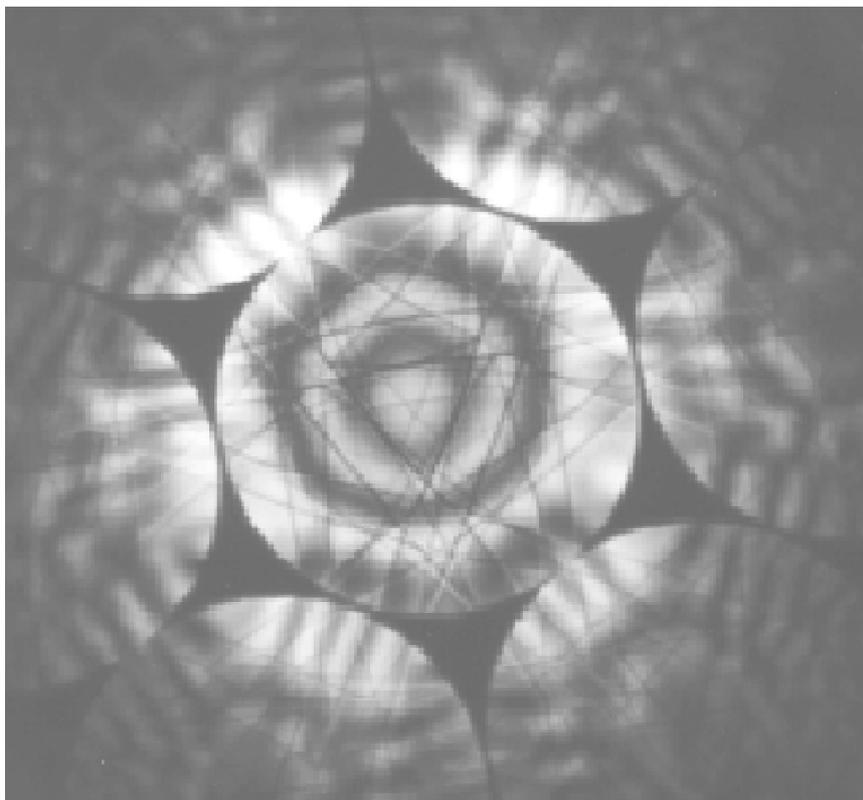


Abb. 12: Konvergentes Beugungsbild von Silizium entlang $\langle 111 \rangle$ (Aufnahme: J. Mayer).

²Bemerkung zu kfz und krz Metallen: Die kubischen Gitter mit Zentrierung haben nur scheinbar eine mehratomige Basis. Für beide Gitter können primitive Elementarzellen mit einer einatomigen Basis definiert werden. Somit treten in diesen Gittern im Einkristall keine Doppelbeugungseffekte auf.

4.10 Zusammenfassung

- Durch die elastische Wechselwirkung (= Beugung nach dem Bragg'schen Gesetz; kein Energieübertrag) mit dem Kristallgitter, wird das reziproke Gitter des Kristallgitters abgebildet.
- An den Relpunkten befinden sich Intensitätsmaxima mit Abmessungen (d.h. Halbwertsbreiten) die umgekehrtproportional den Probenabmessungen sind. Im Fall dünner Platten/Folien sind die Beugungsmaxima zu Stäben (Relstab, engl.: streak) entartet.
- Intensität erscheint, wo die Ewaldkugel einen Relstab schneidet.
- Es gibt zwei Beugungsbedingungen mit starker Beugungsintensität: Im Zweistrahlfall befindet sich genau eine Ebene (Ebenenschar) in exakter Bragglage. Im Vielstrahlfall befinden sich viele Ebenen sehr nahe der exakten Bragglage.
- In der Probe variiert die Amplitude des gebeugten Strahls. Die Wellenlänge der Amplitude ist die Extinktionslänge, sie ist umgekehrt proportional zum Abweichungsparameter (Abweichung aus der exakten Bragglage).
- Die Phase der Amplitude führt zur Abhängigkeit des Kontrastes von der Probendicke (Dickenkonturen).
- Doppelbeugung führt zu Satelliten und im Fall von diffuser Beugung zu den sehr hilfreichen Kikuchilinen.

5. Analytische Elektronenmikroskopie

Die inelastischen Wechselwirkungen der Elektronen mit Festkörpern lassen sich in der analytischen Elektronenmikroskopie (AEM) durch Elektronen-Energieverlustspektroskopie (EELS) oder energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX, EDS) zur chemischen Analyse nutzen (siehe Abb. 13).

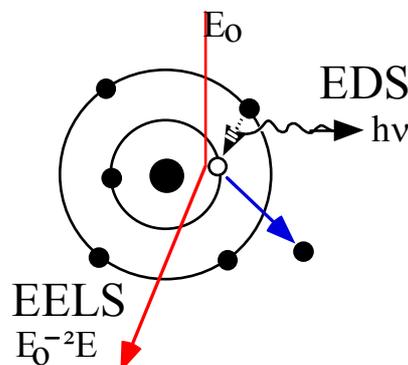


Abb. 13: Schematische Darstellung der inelastischen Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit einem Innerschalenelektron eines Atoms der Probe.

EDX:

Durch inelastische Wechselwirkung wird ein Innerschalenelektron eines Atoms der TEM-Probe auf eine höhere Schale angeregt. Der nun unbesetzte Anfangszustand kann durch den Sprung eines Elektrons aus einer höheren Schale wieder besetzt werden (Rekombination). Aufgrund der Energiedifferenz zwischen diesen beiden Schalen wird beim Rekombinationsprozeß Energie frei, die als Röntgenstrahlung abgegeben werden kann. Die Wellenlänge λ der emittierten charakteristischen Röntgenstrahlung ist dabei über die Beziehung

$$\lambda = hc/E \quad (20)$$

gegeben. E gibt die Energiedifferenz zwischen den beiden Energieschalen an, h ist das Plancksche Wirkungsquantum, und c die Lichtgeschwindigkeit. Die Energiedifferenz E und somit die emittierte Röntgenstrahlung der Wellenlänge λ ist elementspezifisch. EDX eignet sich insbesondere zum Nachweis von schwereren Elementen (Ordnungszahl > 10). Neuere EDX-Detektoren können aber auch leichtere Elemente wie Be oder B bereits nachweisen.

EELS:

EELS ist im Gegensatz zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie auch für leichte Elemente empfindlich. EELS-Untersuchungen erlauben neben einer chemischen Analyse der Probe auch detaillierte Aussagen über die elektronischen Eigenschaften und die atomaren Bindungsverhältnisse des Materials zu treffen. Abb. 14 zeigt schematisch ein EEL-Spektrum (EEL: electron energy-loss).

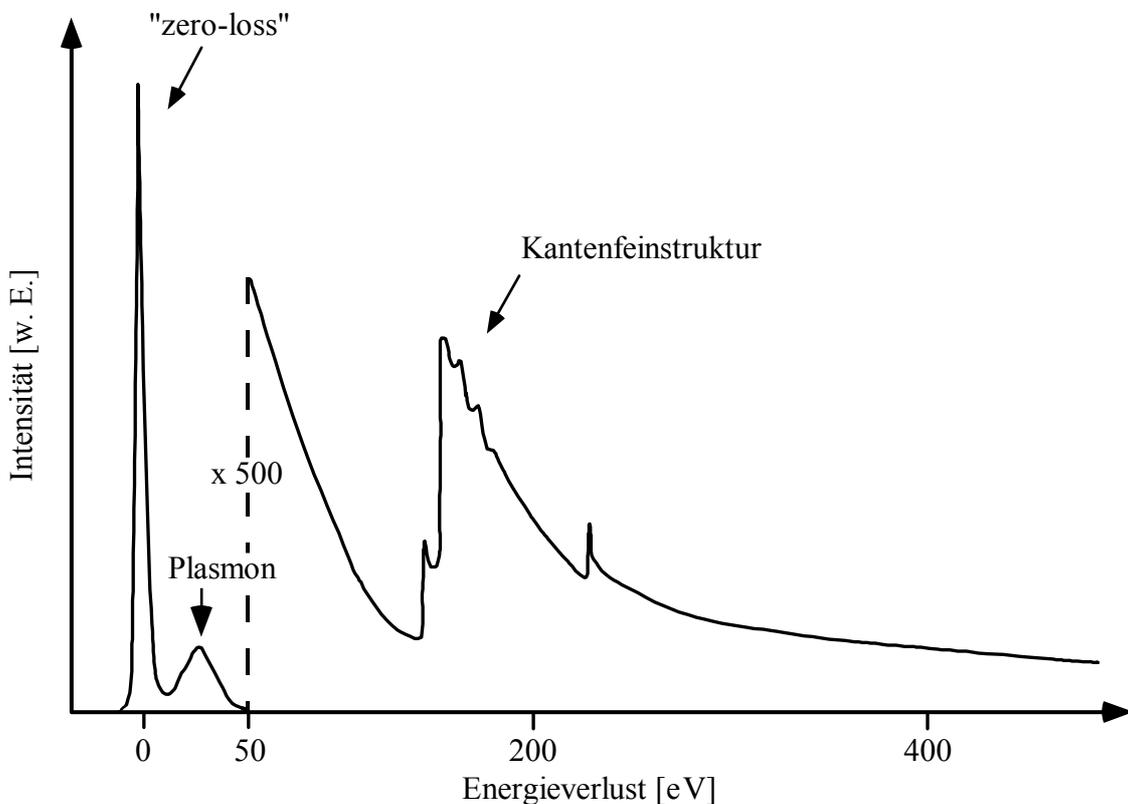


Abb. 14: Schematisches EEL-Spektrum.

Man unterscheidet zwischen den drei Energieverlustbereichen "zero-loss" (0eV bis 10eV), "low-loss" (10eV bis ca. 50eV) und "core-loss" (>50eV). Die Strahlelektronen, welche ohne inelastische Wechselwirkungen durch die TEM-Probe gelangen, bilden den "zero-loss"-Bereich. Inelastische Streuprozesse führen für geringe Energieverluste durch kollektive Anregungen der Gitterelektronen zum Plasmonensignal des Festkörpers. Zudem treten in diesem "low-loss"-Bereich auch Anregungen von Valenzelektronen auf. Mit Energieverlustwerten oberhalb 50eV ("core-loss") folgt aufgrund der abnehmenden inelastischen Wirkungsquerschnitte ein Abfall der Intensität eines immer vorhandenen Hintergrundsignals. Die Signalbeiträge stammen aus Mehrfachstreuprozessen, Interband- und Intra-bandübergängen der Elektronen. Diesem Hintergrundsignal sind elementspezifische Ionisierungskanten überlagert,

welche das Resultat induzierter diskreter Übergänge von Elektronen der inneren Schalen in unbesetzte Zustände oberhalb des Fermi-niveaus sind. Die Ionisierungsverluste spiegeln die Bindungsenergien der Schalenelektronen wieder und sind somit elementspezifisch. Zur Quantifizierung der Ionisierungskanten und Interpretation der Feinstruktur muß der Signalhintergrund subtrahiert werden. Die Kantenfeinstruktur (ELNES: "energy-loss near-edge structure"), die im Energieverlustbereich nahe den Ionisierungskanten auftritt, entsteht durch diskrete Anregungen einzelner an das Atom gebundener Elektronen in unbesetzte Zustände. Aus der Kantenfeinstruktur läßt sich die lokale atomare Koordination und Bindung des untersuchten Bereiches bestimmen.

6. Probenpräparation

Wie schon in §2 und §3 erwähnt, müssen Proben sehr dünn sein, um ausreichende Durchstrahlbarkeit zu gewährleisten. Dies erfordert oft eine ausgeklügelte Präparationstechnik. Einige Beispiele sind hier aufgeführt.

Die in den meisten Mikroskopen verwendete Probenform ist eine kreisförmige Scheibe von 3 mm Durchmesser. Der erste Präparationsschritt besteht jeweils im Herausarbeiten einer einige 100µm dicken Scheibe, worauf hier nicht weiter eingegangen werden soll.

6.1 Jet-Polishing

Die Probe wird von beiden Seiten mit einem geeigneten Elektrolyten besprüht. Zwischen Elektrolyt und Probe wird eine Spannung angelegt. Es wird so lange gedünnt, bis ein kleines Loch in der Probe entsteht (Dünnen 'auf Loch'). Der Dünnvorgang wird über eine Lichtquelle auf der einen Seite der Probe und eine Photozelle auf der anderen Seite kontrolliert. Wenn ein Loch gebildet wurde, zeigt die Photozelle an und unterbricht automatisch den Dünnvorgang. Die Kinetik des Vorganges und die Ausbildung der Oberfläche sind oft sehr sensitiv bezüglich der Parameter Elektrolytzusammensetzung, Einsatzdauer des Elektrolyten (Einbringen von Ionen), Strom/Spannung und Temperatur. Falls diese Parameter gut abgestimmt sind, ist diese Methode schnell und zuverlässig. Da die Probe den elektrischen Strom leiten muß, ist die Methode auf Metalle beschränkt.

6.2 Dimpeln

Es ist möglich, maschinell mit dem sogenannten Dimpler (Konkavschleifgerät) Proben im Zentrum bis zu einer Dicke von einigen µm mechanisch abzupolieren. Dabei wird die Probe auf eine rotierende Scheibe gelegt. Gedünnt wird mit einem dazu senkrecht stehenden rotierenden Polierrad von ca 15 mm Durchmesser. Als Poliermittel dient eine Suspension von feinkörnigen Diamanten, Al₂O₃ oder ähnlichen harten Materialien. Bei dieser Methode darf nicht auf Loch gedünnt werden, da bei zu kleiner Dicke Material herausgebrochen wird. In der Regel wird hier also nicht genügend Durchstrahlbarkeit erreicht, so daß die Probe mit einer anderen Methode (z.B. Ionendünnen, selektiv Ätzen, elektrolytisch Polieren...) weiterbearbeitet werden muß.

6.3 Ionendünnen

Die Probe rotiert um ihre Achse und wird mit Argonionen beschossen. Der Ionenbeschuss bewirkt einen Materialabtrag. Der Vorgang wird über einen Laser kontrolliert. Es kann, muß aber nicht auf Loch gedünnt werden. Für schwach transparente Materialien (z.B. Oxide, Silizium, Polymere...) kann eine bestimmte Probendicke gezielt eingestellt werden. Der Materialabtrag ist sehr langsam, so daß in der Regel die Probe mit einer anderen Methode (z.B. Dimpeln, Tripot...) vorpräpariert wird. Durch den Ionenbeschuss werden Argonionen in das Präparat eingebaut und die Probe erwärmt sich (dies gilt insbesondere für Materialien mit geringer Wärmeleitfähigkeit). Soll ein Temperaturanstieg vermieden werden, können Apparate mit Stickstoffkühlung der Probe verwendet werden.

6.4 Tripod

Der Tripod ist ein Werkzeug mit drei Stempeln. Die Höhe der Stempel und die Lage der Stempelfläche (Auflagewinkel) können sehr präzise eingestellt werden. Auf einen der Stempel wird die Probe angebracht. Der Tripot wird mit den drei Stempeln auf einer rotierenden Polierscheibe gedrückt. Die Probe wird dabei schräg abgeschliffen, so daß ein flacher Keil entsteht. Die Probe kann so bis auf Durchstrahlbarkeit mechanisch und von Hand gedünnt werden. Diese Methode erfordert viel Geschick und Geduld. Mit einiger Übung können aber sehr schöne, großflächig durchstrahlbare Proben hergestellt werden.

6.5 Selektives Ätzen

In speziellen Fällen, wie z.B. dünnen Schichten auf einem Siliziumsubstrat mit Oxidschicht, können TEM-Proben durch selektives Ätzen hergestellt werden. Existiert ein Ätzmittel, das das Substrat schnell, die Oxidschicht aber nur sehr langsam angreift, so kann das Substrat sehr einfach entfernt werden. Es entstehen gleichmäßig dicke Proben, die großflächig durchstrahlbar sind.

7. Literatur

M. v. Heimendahl

Einführung in die Elektronenmikroskopie
Friedr. Vieweg & Sohn GmbH, Braunschweig 1970

J.W. Edington

Monographs in Practical electron Microscopy in Materials Science Vol. 1-4
The Macmillan Press LTD, London 1975

D.B. Williams and C.B. Carter

Transmission Electron Microscopy Vol. 1-4
Plenum Press, New York 1996

L. Reimer

Transmission Electron Microscopy
Springer, Berlin-Heidelberg-New York-Tokyo 1984