

Materialwissenschaftliches Praktikum

Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)

Versuch MP 05

09-2023

Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)

1. Versuchsziel

Die am Rasterelektronenmikroskop (REM) zur Verfügung stehenden Untersuchungsverfahren sollen am Beispiel konkreter Gefügebetrachtungen verschiedener Werkstoffe (zum Teil bekannt aus anderen Versuchen des werkstoffwissenschaftlichen Praktikums) ausprobiert werden.

Das Kennenlernen der Analyseverfahren erfolgt dabei in einer Demonstration durch den Betreuer. Im Ergebnis beschreiben Sie aus der vertieften Kenntnis der REM-Funktion die Verfahren hinsichtlich der Messmöglichkeiten und die ermittelten Werkstoffeigenschaften der Proben.

2. Ausgewählte Informationen zur Rasterelektronenmikroskopie (REM) und zur energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX)

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) ist ein vielseitiges Messgerät zur Oberflächenstruktur- und Oberflächenmaterialanalyse massiver Proben. Mit einem herkömmlichen Lichtmikroskop lässt es sich das REM nur hinsichtlich der Aufgabe eine Objektoberfläche abzubilden vergleichen. Der Bildaufbau wird jedoch nicht durch eine optische Abbildung, sondern durch eine punktweise Objektabtastung mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl und der dadurch lokal ausgelösten Wechselwirkungsprozesse realisiert, wobei das Bild das Ergebnis des abtastensynchronen Registrierens dieses Wechselwirkungssignals ist. Es ist also eher mit einem Laserscanning-Mikroskop vergleichbar. Das REM zeichnet sich durch eine höhere Auflösung (nm-Bereich) und Schärfentiefe (Faktor 100) aus.

2.1 Aufbau und Funktion eines Rasterelektronenmikroskops

Ein REM setzt sich aus drei Hauptbestandteilen zusammen. Unten befindet sich die Vakuumeinheit, darüber die Probenkammer und darauf sitzt die Elektronensäule. (Abb. 1)

Die **Vakuumeinheit** besteht aus Vorvakuum- und Hochvakuum-pumpe welche außerhalb des Gerätes bzw. Labors befindet und einer hochvakuum-erzeugende Turbomolekularpumpe, die direkt an die Probenkammer angedockt ist. Um eine stabile Elektronenerzeugung- und Abbildung zu erreichen arbeitet die gesamte Elektronensäule im Ultrahochvakuum was mit zwei Ionengetterpumpen realisiert wird.

In der **Probenkammer** befindet sich der meist 4-achsige (x-y-z-Kippung) Probentisch und mit speziellen Vakuumdurchführungen angeflanschten Detektoren. Die zu untersuchende Proben werden über eine spezielle Vakuumschleuse oder bei größeren Proben durch Belüften der Kammer und Öffnen der Kammertür eingeschleust. Die Elektronensäule wird dabei mit einem speziellen Airlock-Ventil hochvakuumdicht verschlossen.

Der Aufbau der **Elektronensäule** bestimmt entscheidend die Auflösung eines Elektronenmikroskops durch Auswahl des Elektronenerzeugers und der Komplexität der Elektronenoptik

Als **Elektronenquelle** für den Abtaststrahl werden spezielle geheizte Kathoden eingesetzt. Entsprechend der zu realisierenden Auflösung kommen sehr einfache haarnadelförmige Wolframkathode bestehend aus einem mit minimalem Krümmungsradius gebogenen Wolframdraht (Durchmesser 100µm), die Lanthanhexaborid-Kristall (LaB₆)- und die beste Auflösung erzeugende Schottky-Feldemissionskathode (engl. Field Emission Gun (FEG) -Kathode zum Einsatz. Kalte Feldemissionskathoden sind den höchstauflösenden Transmissionselektronenmikroskopen vorbehalten.

Um aus Wolfram und LaB₆- Kathoden Elektronen zu erzeugen ist die Kathode in einen Wehneltzylinder eingebaut und zu dessen Lochblende besonders justiert.

Eine negative Vorspannung (100V) gegenüber der Kathode erzeugt neben einer definierten Raumladungswolke an der Kathode eine virtuelle Punktquelle (Crossover Punkt, kleinster Strahlquerschnitt 20...50µm) zwischen Wehneltzylinder und Anode. Diese Punktquelle wird letztlich durch die Elektronenoptik verkleinert auf der Objektoberfläche abgebildet, was praktisch eine Nachfokosierung der Elektronen bedeutet. Die Auftreffstelle des Elektronenstrahls wird als Elektronensonde bezeichnet.

Der Elektronenstrahl muss sehr achsennah geführt werden (Öffnungswinkel < 0,5°), da die eingesetzten magnetischen Linsensysteme (Magnetspulen) sonst zu starken Abbildungsfehlern führen. Sowohl die Kondensorlinse als auch die Objektivlinse und das x-y-Scansystem sind magnetische Ablenssysteme. In der Regel stehen Aperturblenden zwischen 7,5µm und 120µm zur Verfügung, die wahlweise in den Strahlengang positioniert werden können. Die Querschnittsbegrenzung durch Aperturblenden führt zu (im Vergleich zur Strahlstromstärke) sehr kleinen Sondenstromstärke im pA-Bereich. Mit der freien Vergrößerungswahl wird die Scanamplitude des x,y-Ablenssystems und damit das Gesichtsfeld des REM eingestellt. Die Vergrößerung V ergibt als Quotient von Bildstrahlscanamplitude X und Primärstrahlscanamplitude x $V = X / x$. (s. Abb.1).

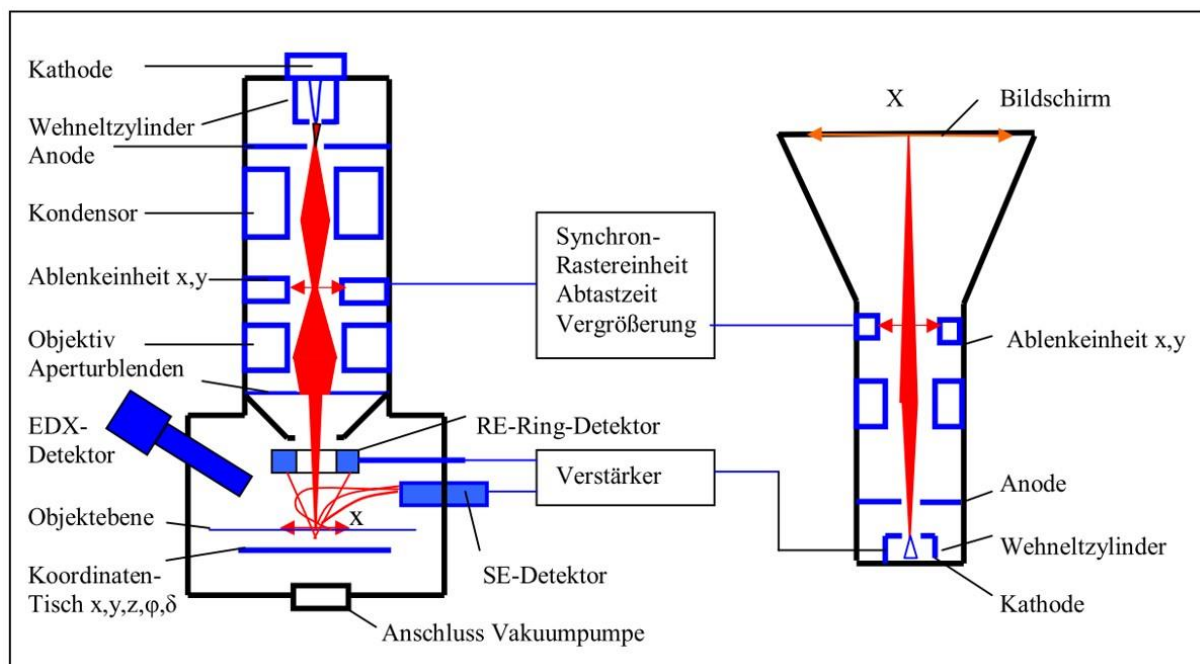


Abb.1: schematischer Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops

2.2 Die Funktionsweise des REM's

Die in der Kathodeneinheit erzeugten Elektronen werden durch ein elektrisches Feld auf 100V-30kV beschleunigt. Durch die magnetischen und/oder elektrostatischen Elektronenoptik (Kondensator, Objektiv, Aperturblenden) werden die Elektronen auf die Probenoberfläche fokussiert.

Mit Hilfe der Ablensspulen wird der Elektronenstrahl zeilenförmig über die Probe bewegt wodurch diese abgerastert wird. Durch die Synchronisierung mit der Bildschirm-Rastereinheit, bzw. bei

modernen Flachbildschirmen der Grafikkarte, wird der so gescannte Bereich vergrößert. Mit Hilfe entsprechenden Detektoren werden unterschiedliche Wechselwirkungen des Elektronenstrahls mit dem Probenmaterial registriert, in elektrische Signale umgewandelt, und auf dem Monitor abgebildet.

2.3 Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit dem Probenmaterial

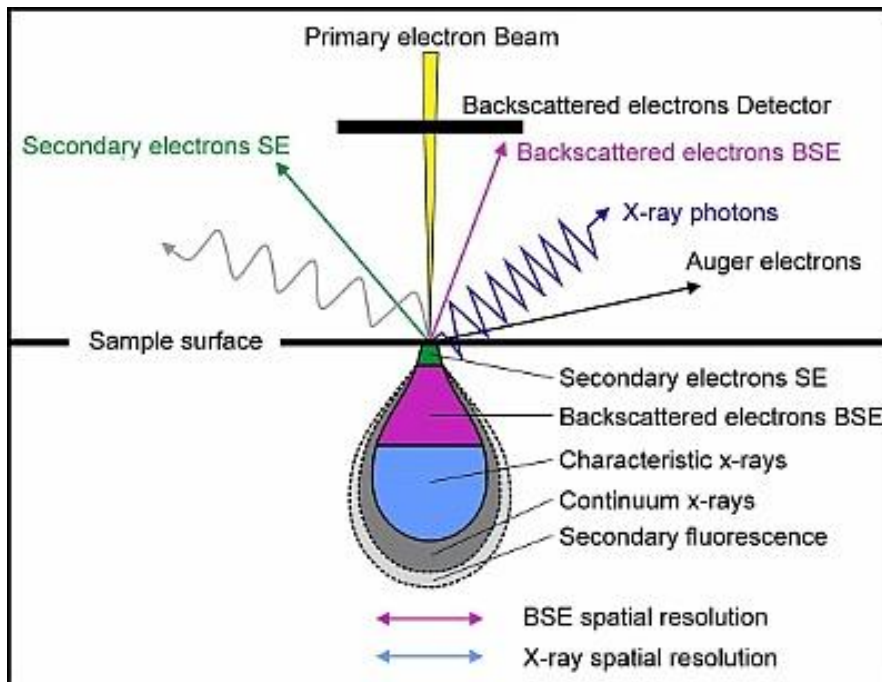


Abb.2: emittierte Signale und Wechselwirkungsbereiche

Wird die Probenoberfläche vom Primärelektronenstrahl abgetastet, so werden im sog. Wechselwirkungsvolumen (Anregungsbirne), dessen Größe abhängig von der Ordnungszahl des jeweiligen Materials sowie der eingestellten Beschleunigungsspannung ist, Sekundärprodukte gebildet, die für die bildliche Darstellung sowie für die Material-Analyse genutzt werden können (Abb. 2).

Die am häufigsten für die Bilderzeugung verwendeten Signale sind dabei die Sekundär- (SE) und Rückstreuerelektronen (RE bzw. BSE- Backscattered Electrons). Für die Materialcharakterisierung nutzt man die emittierten Röntgenstrahlen (X-ray), die mit Hilfe eines energiedispersiven- (EDX- Energy Dispersive X-ray) oder wellenlängendispersiven (WDX- Wavelength Dispersive X-ray) -Spektrometers analysiert werden. Wird beim Beschuss der Probenoberfläche mit Elektronen auch Licht erzeugt, so kann dieses mittels eines Cathodoluminescence-Detektors aufgenommen und bildlichen Darstellung dargestellt werden. Der über die Probe abfließende elektrische Strom (SC- Specimen Current/ EBIC- Electron Beam Induced Current) kann mit einem REM Probenstrom-Detektor auch zur Fehlerstrommessung in Halbleitern und Schichtsystemen genutzt werden. Ist die Probe hinreichend dünn, so können auch die transmittierten Elektronen mit einem STEM-Detektor zur Darstellung dienen.

Es entstehen also eine Vielzahl von Informationen, die mit den unterschiedlichen Detektionssystemen erfasst und ausgewertet werden können. Je nach Geräteausstattung und der zur Verfügung stehender Detektoren, nach Aufgabenstellung und Untersuchungsgegenstand muss die geeignete Signalquelle für die Lösung der applikativen Fragestellung ausgewählt werden.

3. Messmethoden und Detektoren

3.1 Oberflächenabbildung mit SE-Elektronen mittels Everhart-Thornley-Detektors (ET-Detektor)

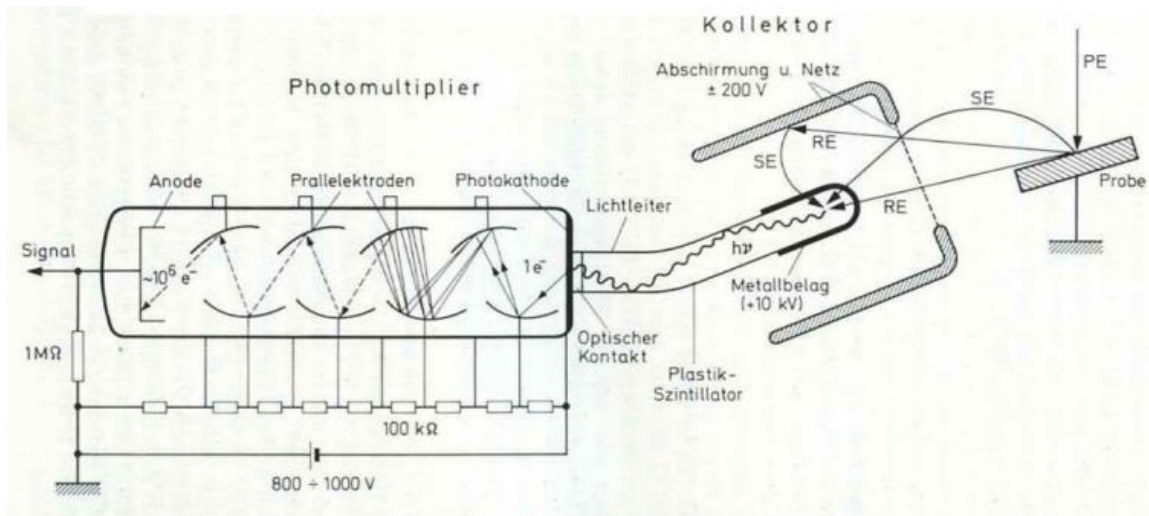


Abb.3: Schematischer Aufbau und Wirkungsweise der Szintillator-Photomultiplier-Kombination. (aus Reimer, Pfefferkorn: Rasterelektronenmikroskopie, Springer 1973)

Sekundärelektronenemissionen entstehen durch Coulombsche Wechselwirkung der Primärelektronen mit den Probenelektronen der oberflächennahen Atomlagen, wobei die übertragene Stoßenergie (<50 eV) meist zur Entfernung des gestoßenen Elektrons aus der Atomhülle führt (inelastische Streuung). Abhängig vom Entstehungsprozess und vom Bereich in dem sie die Probe verlassen, und in unterschiedliche Gruppen eingeteilt.

Die drei wichtigsten dieser Gruppen sind nachfolgend kurz erklärt.

- SE1: entstehen und verlassen die Probenoberfläche im unmittelbaren Spotzentrum
- SE2: entstehen nach Mehrfachstreuungen und verlassen die Oberfläche in einem größeren Abstand vom Spotzentrum
- SE3: entstehen durch RE an weit entfernten Orten vom Spotzentrum und tragen nicht zur eigentlichen Bildinformation bei
- RE: im Atomkern rückgestreute Elektronen

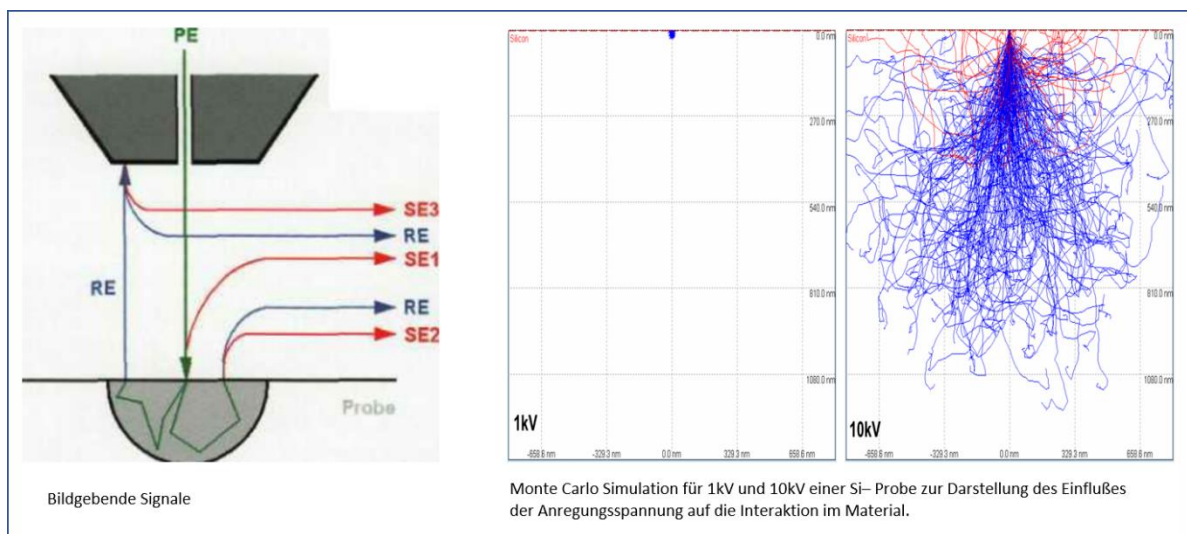


Abb.4: Einfluss der Anregungsspannung auf den Entstehungsort bildgebende Signale

Der ET-Detektor, der vorrangig zur SE-Detektion genutzt wird, ist eine spezielle Szintillator-Photomultiplier-Kombination, dem ein Kollektor vorgeschaltet ist. Nur mit Hilfe der am Kollektor angelegten positiven Spannung von +100V bis +400V erhalten diese langsamen SE-Elektronen eine Nachbeschleunigung und könne detektiert werden. Diese niederenergetischen SE-Elektronen werden praktisch abgesaugt.

Durch Anlegen einer negativen Kollektorspannung können auch RE-Elektronen zur Abbildung genutzt werden

Der auf dem charakteristischen SE-Detektor Bild zusehende Oberflächenkontrast zeigt letztlich die oberflächenstrukturabhängige SE-Ausbeute. Der SE-Emissionskoeffizient ist abhängig vom Einfallswinkel des Primärstrahls. So werden Erhebungen heller (höheres SE-Signal) erscheinen als Vertiefungen (niedrigeres SE-Signal) und dem SE-Detektor zugewandte Flanken werden heller sein als abgewandte. Um diesen Effekt noch zu verstärken ist der SE-Detektor immer seitlich neben dem Probetisch installiert (s. Detektoranordnung Abb. 1). Das Volumen, in dem SE generiert werden, ist wie in Abb.2 erkennbar vergleichsweise klein, was SE-Bilder mit einer sehr hohe Auflösung (wenige nm) ermöglicht.

3.2. Materialkontrastbilder mittels 4-Quadranten-Rückstreuелеktronen-Detektor (RE bzw. 4QBSD-Detektor)

Die Rückstreuелеktronenemission entsteht vor allem durch Coulombsche Wechselwirkung der Primärelektronen mit den Atomkernen der Probe (elastische Streuung). In deren Ergebnis bleibt die Energie der einfallenden Elektronen nahezu erhalten. Die Anzahl der Rückstreuелеktronen hängt von der Kernladungszahl Z ab und ist daher elementspezifisch. Die energiereichen Rückstreuелеktronen werden durch unter dem Strahlausgang platzierten Si-Halbleiter-4-Quadranten-Detektor (als Ring- oder Flächen-Detektor ausgeführt) aufgenommen, der den einfallenden Primärstrahl durch ein Bohrloch passieren lässt (Abb.1). Bilderzeugungen mittels Rückstreuелеktronen zeigen Materialkontrast. Durch Umpolung zweier Quadranten kann man topografischen Kontrast erreichen.

3.3 Materialanalyse mit EDX

Durch den Beschuss der Probe mit hochenergetischen Elektronen kommt es auch zur Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung. Ein auf die Probe treffendes Primärelektron schlägt aus einem der kernnahen Energieniveaus ein Elektron heraus. Diese Lücke wird sofort von einem Elektron aus einem höheren Niveau gefüllt, welches dabei einen Röntgenquant genau der Energie abgibt, die der Differenz der beiden Energieniveaus entspricht und die für jedes Element spezifisch ist (Moseley'sches Gesetz).

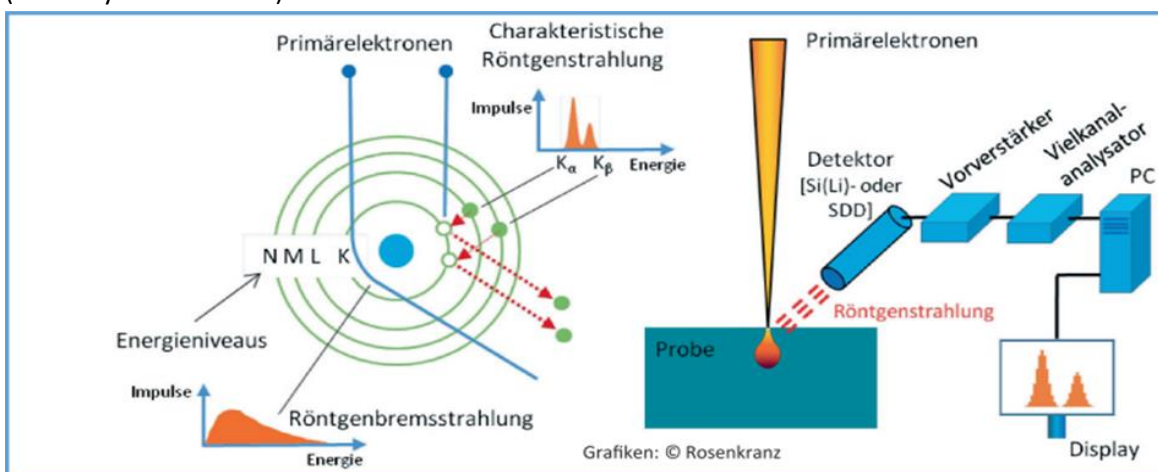


Abb.5: Entstehung von Röntgenstrahlung und ihre EDX-Detektion

3.3.1 Energiedispersive Röntgenanalyse-Detektoren (EDX)

Bei der EDX-Analyse besteht die Aufgabe, die charakteristische Röntgenstrahlung über dem allgemeinen Bremsstrahlungsspektrum zu erfassen und die Energie der Röntgenquanten für die Bestimmung der Herkunftselemente auszuwerten.

Die emittierten Röntgenstrahlen gelangen in einen Halbleiterdetektor, wo sie eine ihrer Energie proportionale Zahl von Elektron-Loch-Paaren erzeugen. Die Ladungen werden zu einer Ausleseanode geleitet und einem Impulsverstärker zugeführt, dessen erste Stufe sich auf demselben Chip wie der Detektor befindet, wodurch ein höherer Impulsdurchsatz und damit eine kürzere Messzeit erreicht wird. Die erzeugten Spannungsimpulse werden in einem Vielkanalanalysator registriert und gezählt. An einem nachgeschalteten PC erfolgt die weitere Auswertung. Das Verhältnis der Konzentrationen eines unbekanntes Elements und eines bekannten Standardelements nach der „Ersten Castaing'sche Näherung“ wird berechnet. Zur genaueren quantitativen Analyse wird das sogenannte ZAF-Modell herangezogen, welches Ordnungszahleffekte (Z), Absorptionseffekte (A) und Fluoreszenzeffekte (F) korrigiert. Die mangelnde Trennschärfe benachbarter Linien infolge relativ geringer Energieauflösung (z.B.: L-Serien der drei Elemente in Indium-Zinn-Antimon-Lotwerkstoffen) begrenzt eine genaue quantitative Analyse trotz mathematischer Entfaltungsverfahren.

Der traditionelle Detektor, ein **lithiumgedrifteter Siliziumdetektor (Si(Li)-Detektor)**, ist ein Si-Einkristall, in dem durch eindiffundiertes Li ein p-i-n-Übergang erzeugt wurde. Die absorbierten Röntgenquanten erzeugen dort eine ihrer Energie proportionale Zahl von Elektron-Loch-Paaren wie oben beschrieben. Der Detektorkristall und der erste Vorverstärker müssen permanent auf der Temperatur des flüssigen Stickstoffs (-196°C) gehalten werden.

In den letzten Jahren haben sich moderne **Silizium-Drift-Detektoren (SDD-Detektor)** durchgesetzt. Das SDD-Design bietet nicht nur alle Vorteile der Flüssigstickstofffreiheit und der ausgezeichneten Energieauflösung bei hohen Zählraten, sondern ermöglichen jetzt auch ein Detektordesign mit großer aktiver Fläche um große Datenmengen in kürzeren Zeiträumen, bei niedrigeren Anregungsspannungen und unter normalen REM-Bedingungen zu sammeln.

Die Arbeitsweise des SDD-Detektors

EDX-Detektoren wandelt die Energie jedes einzelnen Röntgenstrahls in ein Spannungssignal von proportionaler Größe um. Dies wird durch ein dreistufiges Verfahren erreicht. Zuerst wird die Röntgenstrahlung durch die Ionisierung von Atomen im Halbleiterkristall in eine Ladung umgewandelt. Zweitens wird diese Ladung in eine Signal-Spannung für den FET-Vorverstärker umgewandelt und dann das Spannungssignal an den Pulsprozessor zur Messung übergeben. Der Ausgang vom Vorverstärker ist eine Spannungs-'Rampe', bei der jeder Röntgenstrahl einer Spannungsstufe auf der Rampe entspricht. SDD-Detektoren sind so ausgelegt, dass sie die Röntgenstrahlenergie so genau wie möglich in das Spannungssignal umwandeln. Gleichzeitig muss das elektronische Rauschen minimiert werden, um auch die Detektion der niedrigsten Röntgenstrahlenergien zu ermöglichen.

Der Sensor des Silizium-Drift-Detektors (SDD) wird aus hochreinem Silizium mit einem großflächigen Kontakt auf der Eingangsseite, die den einfallenden Röntgenstrahlen zugewandt ist, hergestellt. Auf der gegenüberliegenden Seite befindet sich ein zentraler, kleiner Anodenkontakt, der von einer Reihe konzentrischer Driftelektroden umgeben ist. Wenn eine Vorspannung an den SDD-Detektorchip angelegt und der Detektor Röntgenstrahlen ausgesetzt wird, wandelt er jeden detektierten Röntgenstrahl in eine Elektronenwolke mit einer Ladung um, die proportional zur charakteristischen Energie dieses Röntgenstrahles ist. Diese Elektronen werden in das Leitungsband des Silizium-Halbleiters gehoben und hinterlassen Löcher, die sich im Sensor wie freie positive Ladungen verhalten. Die Elektronen werden dann entlang eines Feldgradienten zwischen den Driftelektroden "gedriftet", um an der Anode gesammelt zu werden (Abb.6).

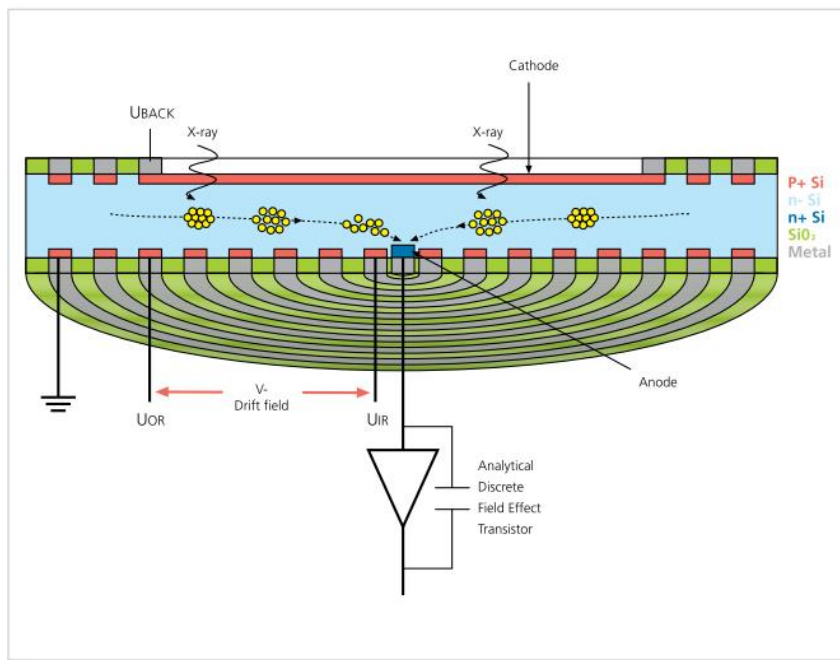


Abb.6: Aufbau und Funktion eines SDD-Detektors
 „Silicon Drift Detectors Explained“ Flyer: Oxford Instruments plc

Besondere Anforderungen sind für eine genaue quantitative Analyse zu erfüllen.

- Das Messsystem ist mit einem je nach Anregungsspannung mit einem geeigneten Reinstmetall-Standard zu quantoptimiern
- Die vor der Quantoptimierung eingestellten Systemparameter (Beschleunigungsspannung Blendenstrom) und Arbeitsabstand dürfen während der Messung nicht verändert werden und so eingestellt werden, das die Totzeit max 50% nicht überschritten wird
- Um eine sichere statistische Auswertung zu ermöglichen sollten insgesamt mehr als 200000 Impulse (counts) erfasst werden. Dazu kann die Meßzeit, je nach Countrate, angepasst werden.
- Die Proben müssen eben sein um fehlerhafte Messungen durch Kanteneffekte zu verhindern

3.4 Besonderheiten des, für das Praktikum genutzte ZEISS FIB-SEM „Auriga 60“

Beim dem Auriga-60 handelt es sich um eine s.g. CrossBeam Workstation ein Feldemissions-REM mit angedockter Ionen-Feinstrahlsäulen (Focus-Ionen-Beam) FIB genannt.

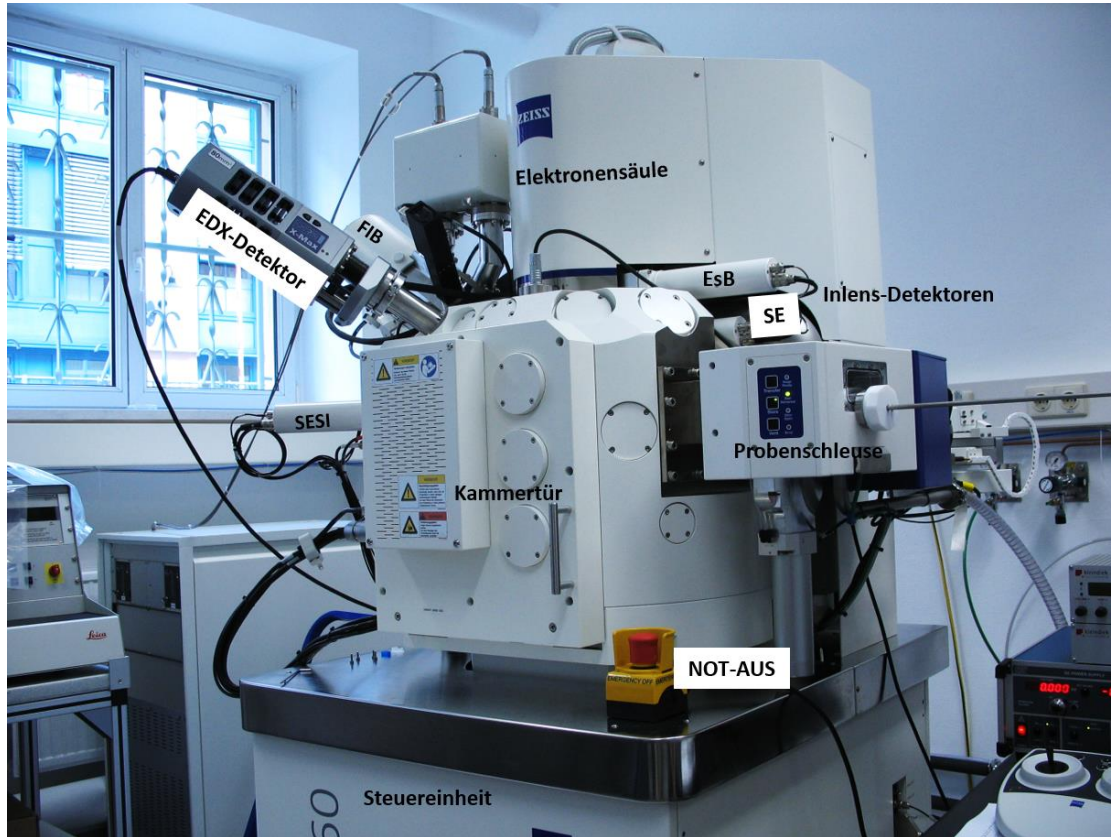


Abb.7: FIB-SEM „Auriga 60“ Lehrstuhl für Materialwissenschaft - OSIM- Universität Jena

Die Elektronensäule

Die ZEISS-Gemini-Elektronenoptische Säule wurde für hochauflösende Bildaufnahme insbesondere bei niedrigen Beschleunigungsspannungen optimiert.

Als Strahlerzeuger wird eine thermische Feldemissionskathode, ein sog. Schottky- Emitter (ZrO/ W- Kathode) verwendet. Die Schottky- FE- Kathode besteht aus einer feingeätzten <100> orientierten Wolframeinkristallspitze, an deren Schaft sich ein gesintertes Reservoir an Zirkoniumoxid befindet. Durch den angelegten Heizstrom (Fil I) wird die Kathode auf ca. 1800 K aufgeheizt. Wird nun ein elektrisches Feld aufgebaut (Extraktor), so diffundiert das ZrO an die Kathodenspitze und bildet dort eine feine Spitze aus. Weiterhin wird durch die Verwendung des ZrO die erforderliche Austrittsarbeit der Elektronen von 4,6eV auf 2,8eV herabgesetzt und die Elektronenemission auf die Spitzennachse beschränkt. In Abhängigkeit von der Kathodentemperatur und der an der Kathodenspitze anliegenden Feldstärke, die durch die Spannung der Extraktorelektrode geregelt werden kann, bildet sich ein Gleichgewichtszustand aus, unter dem die FE- Quelle stabil emittiert. Über die Suppressorelektrode wird zudem ein Gegenfeld aufgebaut. Dies verhindert den Austritt von thermischen Elektronen, die nicht aus der Kathodenspitze sondern aus dem aufgeheizten Wolframdraht des Filamentes austreten und nur zu einer unerwünschten Energieverbreiterung des Elektronenstrahls führen würden. Der so erzeugte Strahl hat eine hohe Elektronendichte und ist besonders fein und hellen. (Abb.8)

Der erforderliche Strahlstrom kann über eine, fest im Strahlengang eingebaute, Sechslöcherblende eingestellt werden. Das Wechseln auf die einzelnen Blenden erfolgt durch einen

elektromagnetischen Schalter. Dabei wird der Elektronenstrahl oberhalb der Mehrlochblende ausgelenkt, durch die Blendenöffnung geführt und unterhalb der Blende wieder in die optische Achse gebracht. Anders als bei konventionellen Geräten, bei denen die Blende mechanisch (z.B. über Mikrometerschrauben) in den Strahlengang gefahren wird, erfolgt hier keine mechanische Verschiebung der Mehrlochblende. Vielmehr wird hier der Elektronenstrahl in der Blende und nicht die Blende im Strahlengang justiert.



Abb.8: FE-Kathode

Die Gemini-Optik besteht aus drei Hauptkomponenten:

- Das Gemini-Objektivlinsendesign kombiniert elektrostatische und magnetische Felder, um die optische Performance zu maximieren und gleichzeitig die magnetischen Feldeinflüsse auf die Probe auf ein Minimum zu reduzieren. Dies ermöglicht eine ausgezeichnete Bildgebung auch bei schwierigen Proben wie magnetischen Materialien.
- Die Gemini-Beambooster-Technologie, eine integrierte Strahlabbremmung, ermöglicht geringe Sondengrößen und ein hohes Signal-Rausch-Verhältnis.
- Das Gemini-Konzept der Inlens-Detektion gewährleistet eine effiziente Signaldetektion durch parallele Erfassung von Sekundärelektronen (SE) und Rückstreuelektronen (BSE) bei einer verringerten Bilderfassungszeit.

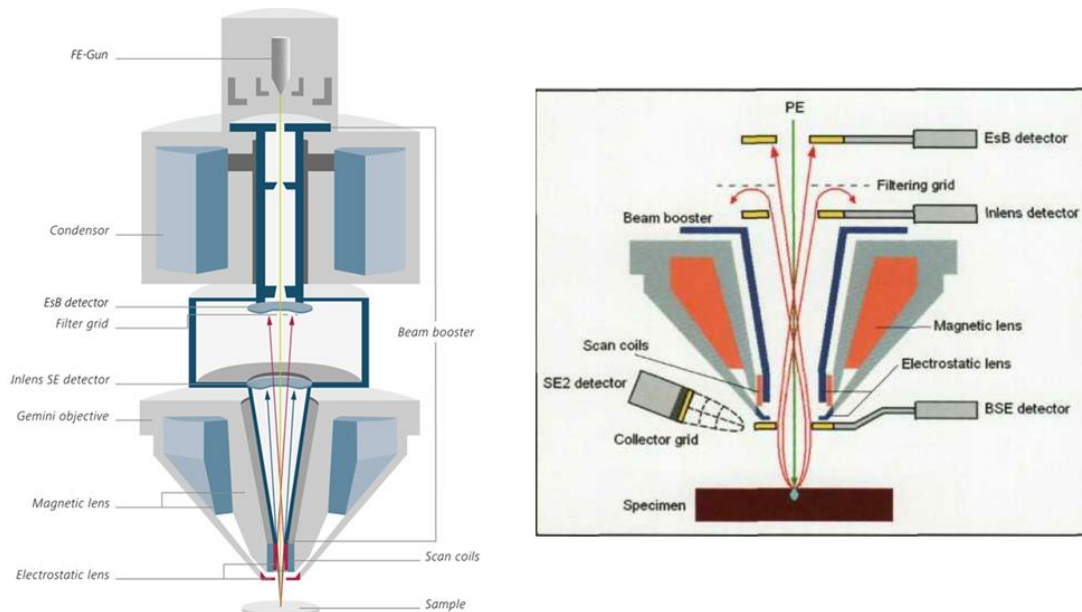


Abb.9: Schematischer Querschnitt der optischen Gemini-Säule links, Detektorenanordnung rechts

Wird mit einer Beschleunigungsspannung von kleiner/ gleich 20kV gearbeitet, so erfahren die Elektronen des Primärelektronenstrahls stets eine Nachbeschleunigung von 8kV innerhalb der Elektronenoptik. Diese Erhöhung der Energie der Elektronen wird durch den Beam Booster realisiert (Abb.9). Damit die Elektronen mit der Energie die Probenoberfläche erreichen, die als

Beschleunigungsspannung eingestellt ist, wird am Ende der Objektivlinse ein elektrostatisches Feld aufgebaut, das die Primärelektronen wieder um 8kV abbremst. Die spezifische GEMINI-Elektronenoptik bewirkt einen cross-over-freien Strahlengang. Beide Felder überlagern sich und reduzieren den chromatischen Abbildungsfehler, insbesondere für niedrige Spannungen (≤ 5 kV). Die Empfindlichkeit gegenüber magnetischen Streufeldern sinkt.

Detektoren am FIBSEM

In den nachfolgenden Kapiteln werden die Arbeitsprinzipien der einzelnen Detektoren und deren optimalen Arbeitsbedingungen näher erläutert. Die nachfolgende Tabelle gibt einen Überblick der optimalen Anwendungsbedingungen für die verschiedenen Detektoren.

Detektortyp	Beschleunigungsspannung	Arbeitsabstand ideal
SESI (SE-Elektronen/SE-Ionen)	1kV - 30kV	> 4 mm
Inlens SE	100V – 20kV	< 10 mm
EsB	100V – 20kV	2 – 9 mm
RE (4QBSD)	5kV – 30kV	7 – 12 mm
STEM	10kV – 30kV	2 – 5 mm
EDX	5kV – 30kV	5 – 11 mm
EBSD	15kV – 20kV	5mm

Neben den in Abschnitt 3 vorgestellten Standart-Detektoren für SE2- und RE-Elektronen sowie energie-dispersive-Röntgen-Strahlung (EDX) ist der Inlens-SE der am Häufigsten genutzte Detektor. Er ist wie der EsB-Detektor oberhalb der Objektivlinse angebracht und detektiert direkt im Strahlengang (siehe Abb 9; 10; 11). Die Inlens-SE und EsB-Detektoren sind nur bis 20kV Beschleunigungsspannung nutzbar.

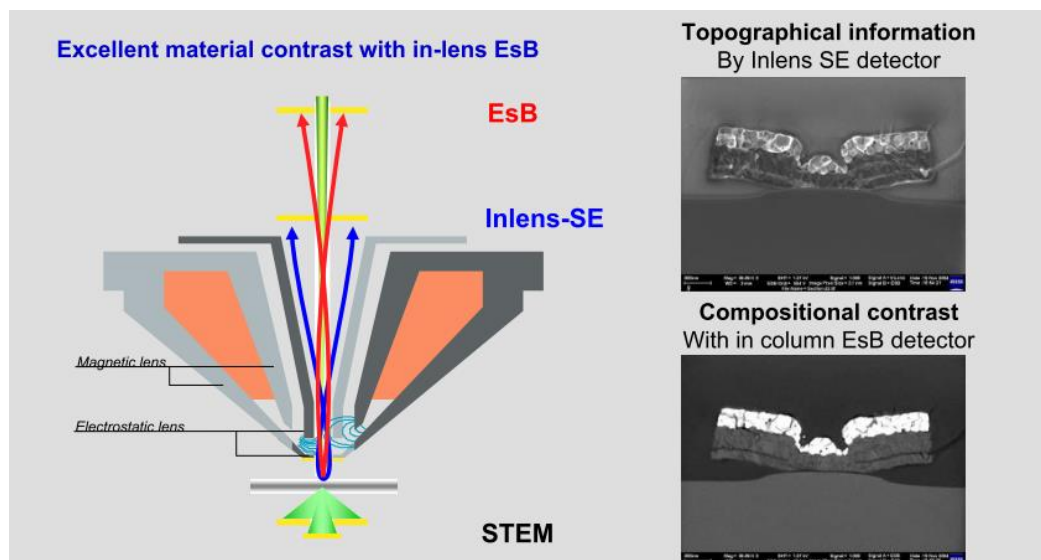


Abb.10: Vergleich Inlens-SE mit EsB

Inlens-SE-Detektor

Der **Inlens-SE-Detektor** nutzt zur Abbildung die SE1- und SE2-Elektronen, zeigt also nur eine Oberflächeinformationen.

Das durch die oben beschriebene Beam-Booster-Technik erzeugte elektrostatische Feld wirkt auf die SE-Elektronen welche auf der Probenoberfläche entstehen, wie ein Beschleunigungsfeld.

Die SE-Elektronen werden dadurch angesaugt, nachbeschleunigt und durch das elektromagnetische Feld, zum Inlens-Detektor hin, fokussiert. Hier treffen die Elektronen auf einen Szintillator und erzeugen dort Lichtblitze, die mit Hilfe eines Lichtleiters aus dem Strahlengang geleitet und auf den nachgeschalteten Photomultiplier übertragen werden. Im Photomultiplier wird die Information verstärkt und als ein elektrisch verwertbares Signal ausgegeben. (wie bei Abb.3)

Durch diese Verstärker-Technik ist es erst möglich die sehr niederenergetischen obeflächennahen SE1 Elektronen zur hochauflösenden Bilddarstellung mit zunutzen.

EsB-Detektor

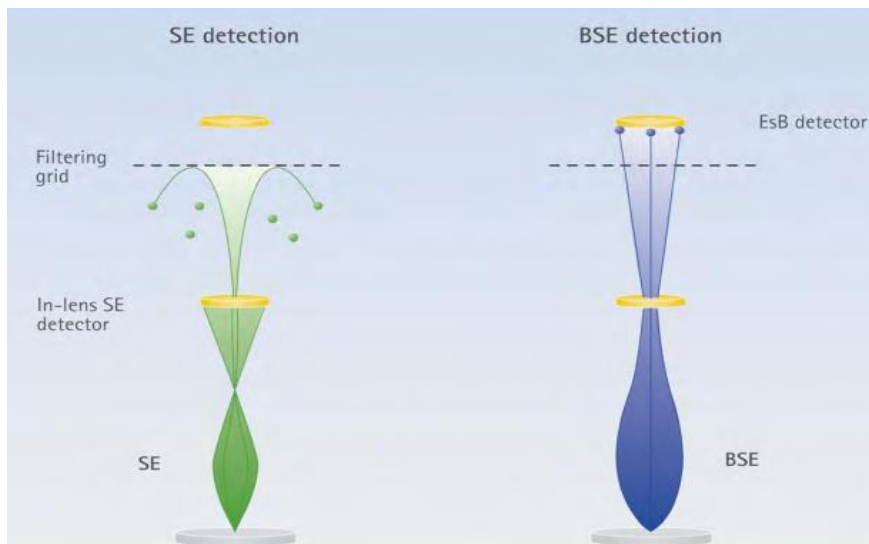


Abb.11: Energie-Filter-Grid Technik: stößt Sekundärelektronen ab und nur die rückgestreute Elektronen gelangen zum oberen EsB-Detektor

Im Gegensatz zum Inlens-SE-Detektor detektiert der ebenfalls in Säule sitzende EsB- Detektor die ebenfalls mitemittierten Energi- und Winkel selektive Rückstreu-Elektronen zur Darstellung des Materialkontrastes. Klassisch mit RE- Detektoren haben speziell bei der Arbeit mit sehr geringen Anregungsenergien und in Verbindung mit dem Inlens- Detektor-Systemen einige entscheidende Nachteile. Aufgrund ihrer Bauform werden sie bei der Nutzung unter die Endlinse eingeschoben. Dadurch wird zum einen das Feld der elektrostatischen Linse beeinflusst, was sich negativ auf die Detektionseffizienz des Inlens- Detektors auswirkt, zum anderen wird dadurch auch der minimal nutzbare Arbeitsabstand eingeschränkt. Besonders bei Niederspannungsapplikationen und bei Hochauflösung im Nanometerbereich sind Aufnahmen mit sehr geringen Arbeitsabständen nötig.

Der Aufbau des EsB-Detektors ist mit dem des Inlens-SE Detektors vergleichbar. Er befindet er sich über dem Inlens-SE-Detektor im Strahlengang (Abb.10). Die im Spotzentrum emittierten SE- und RE-Elektronen werden vom Feld der elektrostatischen Linse angesaugt und nachbeschleunigt. Durch das Feld der elektromagnetischen Linse werden die niederenergetischen SE- Elektronen sehr stark abgelenkt und so in Richtung zum Inlens-SE Detektor fokussiert. Die höherenergetischen RE-Elektronen fliegen durch das Inlens-SE Detektorloch hindurch. Ein noch vor dem RE-Detektor-Szintillator sitzendes Gitternetz (Filtering Grid) kann mit einer Spannung zwischen 0 und 1500V beaufschlagt werden um zum einen SE- Elektronen auszublenden, die das Detektorloch des Inlens-Detektors doch passiert haben und somit vom EsB- Detektor mit detektiert würden. Zum anderen kann dadurch auch eine Energiefilterung bei Niederspannungsapplikationen vorgenommen werden. Beträgt die Energie der Primärelektronen z.B. 1,2kV und das Potential des ESB Grid wird auf 1kV eingestellt, so werden nur die RE- Elektronen im EsB- Detektor registriert, die eine Energie zwischen 1 und 1,2kV besitzen. Dieser Sachverhalt ist in Abb.9 und 11 dargestellt.

STEM-Detektor

Mit STEM-Detektor können sehr dünne Proben wie z. Bsp. auf spezielle Probenhalter (TEM-Grids) aufgebraute Polymere, Proteine oder Nanopartikel im Durchlicht angeschaut werden. Des weiteren dient er zur Kontrolle von Proben welche zur Untersuchung in einem Transmissions-Elektronen Mikroskop (TEM) vorgesehen sind. Er kann im Dunkel- und Hellfeld betrieben werden. (Abb.12)

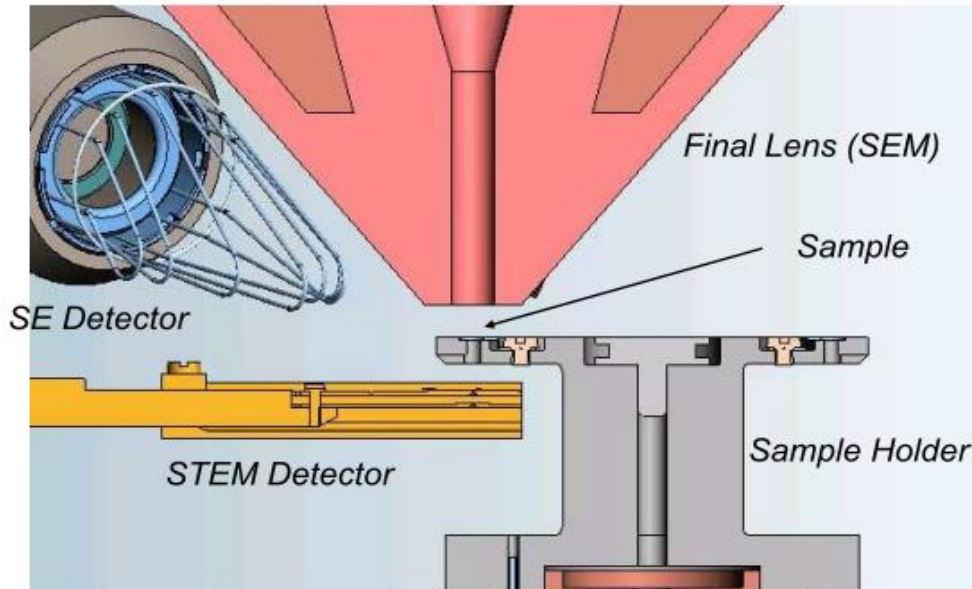


Abb.12: Der spezielle STEM-Probenhalter ist so aufgebaut, das der Detektor unter dem Tisch platziert werden kann.

EDX- Detektor

Sie dienen zur Bestimmung der qualitativen und quantitativen Zusammensetzung (EDX) und der Kristallorientierung (EBSD) der zu untersuchenden Proben.

Zur EDX-Analyse kommt am FIB-SEM ein Detektor neuen SDD-Typs (wie in Abschnitt 3.3 beschrieben) zum Einsatz. Ein „Oxford X-MAX-80mm²“ mit „PentaFET“-Vorverstärker. Das neue Design vereint Detektor und Vorverstärker zusammen in einer Baugruppe. Die Kühlung erfolgt mit einem Peltier-Kühlelement. Diese Bauform ermöglicht größere Detektorflächen (80mm² statt 10mm²) was kürzere Detektionszeiten durch hohe Zählraten ermöglicht sowie eine höhere Empfindlichkeit bei niedriger Anregungsspannung und kleinen Spotgrößen bietet. Es ist ein extrem rauscharmer Detektor und hat eine sehr hohe Auflösung von 127eV. Das dünne Detektorfenster aus Polymerbasis lässt auch niederenergetische Röntgenstrahlung hinunter zu 100 eV passieren.

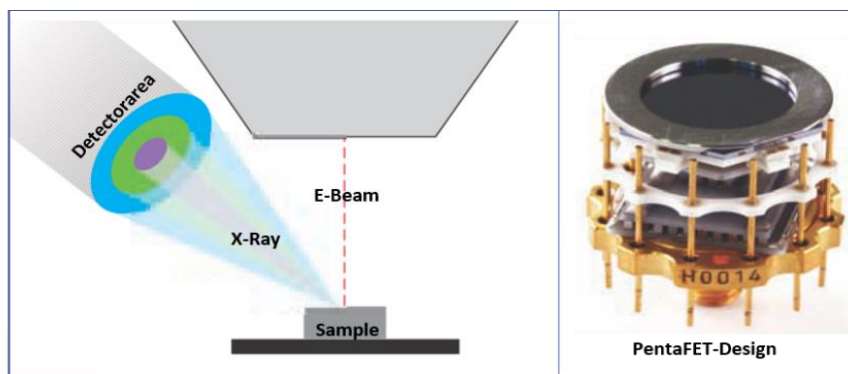


Abb.13: Vergleich des Aufnahmewinkel bei kleiner (grau) und großer Detektorfläche (blau)

FIB-Ionenfeinstrahltechnik (Focus-Ionen-Beam)

Das FIB-SEM Auriga 60 ist wie schon oben erwähnt eine „Crossbeam-Workstation“

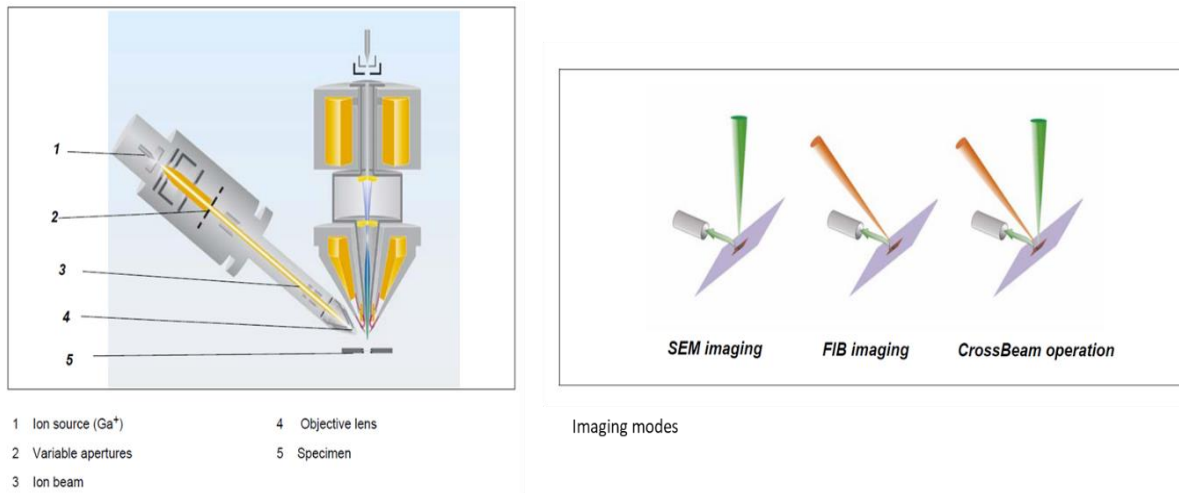


Abb.14: Lage der FIB-Säule links; Bildarstellungsmöglichkeiten im FIB-Betrieb

Die an der linken Seite der Kammer angeflanschte FIB-Säule dient zum einen zur Herstellung von sehr dünnen Proben für eine TEM-Analyse sowie zur Inspektion des Probeninneren durch Herausfräsen von Probenteilen mittels eines Fokussierten Ga-Ionen-Strahls, im englischen auch Crosssection (Querschnitt) genannt.

Die FIB-Säule und die Detektoren sind so angeordnet das im FIB-Betrieb mit dem auf Ionendetektion mit negativer Vorspannung (-4kV) umgepolten SESI-Detektor nicht nur SE-Elektronen sondern auch die Sekundär-Ionen bei FIB-Betrieb detektieren und der Prozess beobachten werden kann. Auch eine EDX-Analyse der so präparierten Probenstelle und Bild-Aufnahmen mit den Säulendetektoren Inlens-SE und EsB und SE-Elektronen mit dem SESI sind möglich. (Abb. 14)

Quellen:

© Springer-Verlag GmbH Deutschland 2017J. Bauch und R. Rosenkranz, Physikalische Werkstoffdiagnostik

Carl Zeiss SMT: Handbuch für die Rasterelektronenmikroskope SUPRA®/SUPRA®VP und ULTRA

Carl Zeiss SMT: The new AURIGA® 60 Cross Beam ; Dr. Daniel Kraft; Präsentation Rio de Janeiro 2010

OXFORD Instruments: Silicon Drift Detectors Explained; Flyer 2012

© Oxford Instruments Analytical Ltd, X-Max The largest area SDD; Flyer 2008.:

© Dr. Roland Berger (2002) Unterrichtseinheit Rasterelektronenmikroskopie

4. Vorbereitungsfragen

1. Wie wird der Elektronenstrahl erzeugt und geführt?
2. Wozu wird der fokussierte Elektronenstrahl benutzt?
3. Wo liegen die Unterschiede in der Bilderzeugung mit Sekundärelektronen und Rückstreuelektronen?
4. Wie erreicht man, dass mit dem RE-Detektor vorrangig Rückstreuelektronen und mit dem SE-Detektor vorrangig Sekundärelektronen detektiert werden?
5. Vergleichen Sie Vor- und Nachteile des REM mit denen eines Laserscanning-Mikroskops • und eines Lichtmikroskops!
6. Wie funktioniert die EDX? Welche Bedingungen müssen deshalb eingehalten werden?
7. Erläutern Sie den Zusammenhang zwischen Auflösung, Vergrößerung und Tiefenschärfe und Arbeitsabstand, welche REM-Parameter sind von Einfluss?
8. Welche werkstoffkundlichen Fragen können mit der REM- Aufnahmen und der EDX-Analyse gelöst werden?

5. Versuchsdurchführung

5.1 Kennenlernen des Aufbaus und die Besonderheiten des FIB-SEMs

- Einsetzen der Praktikumsproben auf dem Probenhalter:

1. Co-Standard
2. Bruchprobe Stahl, aus Zugversuch
3. Bruchprobe Superkanthal (gebrochener Heizstab)
4. polierte und thermisch geätzte Titanoxid-Probe
5. eingebettete und polierte TiO-Ni-Verbundprobe (2x)
6. Probe mit Nano-Partikeln

Was ist bei dem Aufbau der Proben auf den Probenhalter zu beachten? Registriere die Lage der Detektoren für Sekundärelektronen (SE-Detektor), die Rückstreuelektronen (RE-Detektor) und die Röntgenquanten (EDX-Detektor).

5.2 Diskussion mit dem Betreuer über den Aufbau, die Funktion (Elektronenstrahl,

Bildentstehung, Auflösung und Vergrößerung) und die Softwarebedienung des REM und der EDX-Analyse sowie die Präparation von Proben für REM-Analysen.

5.3 Untersuchung und Bewertung der Werkstoffproben

5.3.1 Quantoptimierung der EDX-Analyse mit dem Co-Standard bei 20kV Anregungsspannung

- Diskussion der Auswahl der Anregungs-(Beschleunigungs)- Spannungen und Standards
- Anpassen der Geräteparameter für optimale Countausbeute bei Vergrößerung 1000x durch Änderung des Sondenstroms mittels Blendenwechsel.
- Was ist die Totzeit eines Detektors?
- Fokussierung auf 11mm.
- Die eingestellten Parameter sind für alle folgenden EDX- Analysen einzuhalten!

5.3.2 Untersuchen der Bruchprobe Stahl (aus Zugversuch)

- Übersichtsbild (Wie erreicht man die kleinstmögliche Vergrößerung)
- SE-Bild höherer Vergrößerung (etwa 500x-1000x)
- Aufnahmen des Energiespektrums mit EDX-Analyse, Feststellen der in der Probe enthaltenen Legierungsbestandteile (Welche Analyse-Fehler sind möglich)

5.3.3 Untersuchen der Bruchprobe eines Heizstabes aus Superkanthal (Sprödbbruch)

- SE-Übersichtsbild
- SE-Bild und RE-Bild höherer Vergrößerung (500x) (Was sind die charakteristischen Unterschiede der Bilder)
- Qualitative EDX-Flächenanalyse bei Vergrößerung 2000x

5.3.4 Untersuchen der polierten und thermisch geätzten Titanoxyd-Probe,

Kornrenzendarstellung mit SE-Bild höherer Vergrößerung (2000x)

5.3.5 Untersuchen der eingebetteten polierten Titanoxyd-Nickel-Verbundprobe

- SE-Übersichtsbild
- SE-Bild und RE-Bild höherer Vergrößerung (500x) (Warum zeigt auch das SE-Bild einen Materialkontrast?)
- EDX-Linescan über ein Ni-Teilchen, abspeichern des Bildes mit markierter Auswertelinie und Maßstab sowie der Kurvenverläufe der beteiligten Elemente. (Was ist bei dieser Messung und Interpretation des Ergebnisses zu beachten?)

3.3.6 Untersuchung der Nanopartikel-Probe

- mit unterschiedlichen Anregungsspannung mittels SESI, Inlens-SE und EsB-Detektor