

# Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM)

## Mikroskopaufbau und Abbildungsvorgang

Im Gegensatz zur Rasterelektronenmikroskopie wird die Probe mit einem ruhenden und aufgeweiteten Elektronenstrahl „beleuchtet“. Zur Abbildung tragen die Strahlelektronen bei, die die Probe durchwandern und auf der Unterseite austreten. Folglich wird das durchstrahlte Probenvolumen abgebildet. Die Dicke der elektronentransparenten Probenbereiche ist auf maximal 300 nm begrenzt.

Das Auflösungsvermögen und die Transparenz hängen von der Energie der Primärelektronen ab. Typisch sind Beschleunigungsspannungen zwischen 200 und 400 kV. Der obere Teil des TEM dient der Erzeugung und der Formung des Elektronenstrahles. In der Mitte der Säule sind die Probe und die Objektivlinse angeordnet.

Die Informationen zur Mikrostruktur der Probe beruhen auf der Wechselwirkung zwischen den Strahlelektronen und den Atomen in der Probe. Während ein Teil der Strahlelektronen ohne Beeinflussung hindurch tritt, erfährt ein anderer Teil eine elastische Wechselwirkung mit dem Kern der Probenatome. Es kommt zur Streuung (Richtungsänderung) und im Fall kristalliner Proben zum Beugungseffekt. Zusätzlich findet auch eine inelastische Wechselwirkung (mit den Elektronen in der Atomhülle) statt. Der resultierende Energieverlust der Strahlelektronen verschlechtert einerseits die Bildqualität, aber andererseits gestattet die Spektroskopie des Energieverlustes den Zugriff zu Aussagen bezüglich der chemischen Zusammensetzung und dem Bindungszustand im untersuchten Probenbereich (Elektronenenergieverlustspektroskopie EELS). Modern ausgestattete Elektronenmikroskope nutzen diese Spektroskopie auch für die elementspezifische Abbildung.

Auf die an der Probenunterseite austretenden Strahlelektronen wirkt die fokussierende Kraft der Objektivlinse. Deshalb resultiert im weiteren Strahlengang eine Sortierung der Strahlanteile entsprechend ihrem Streuwinkel und –richtung. In der Beugungsbildebene sind sie getrennt wahrnehmbar. Jeder Punktreflex im Beugungsbild vereint demzufolge den Strahlenteil mit einem bestimmten Streu- bzw. Beugungswinkel. Der zentrale Punktreflex entspricht dem unbeeinflussten Anteil (Streuwinkel Null) und wird als Primärreflex bezeichnet. Jeder Beugungsreflex wird durch eine ausgewählte, nahezu parallel zum Elektronenstrahl orientierte Netzebenen-schar im

Kristallgitter der Teilchen im beobachteten Probenbereich erzeugt. Aus der Position des Beugungsreflexes gegenüber dem Primärreflex (Abstand, Winkel) lassen sich Abstand und Orientierung dieser Netzebenen bestimmen. Bei strenger Parallelität einer NE-Schar zum Elektronenstrahl wird ein spiegelsymmetrisch angeordnetes Beugungspunktpaar erzeugt. Wird vom Elektronenstrahl nur ein einkristalliner Probenbereich bestrahlt, so entsteht ein symmetrisches Beugungspunktmuster. Es kann

Kathode und Wehnelt

Anodenkaskade

Ablenkspulen

Kondensorlinsen mit Aperturblende

Objektivlinse mit Aperturblende

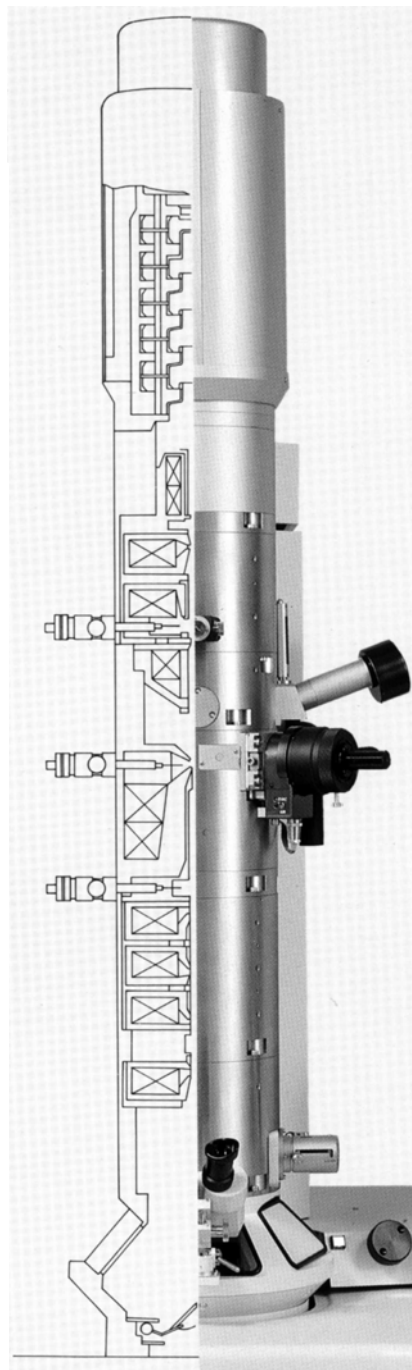
Selektorblende

Zwischenlinsen

Projektivlinse

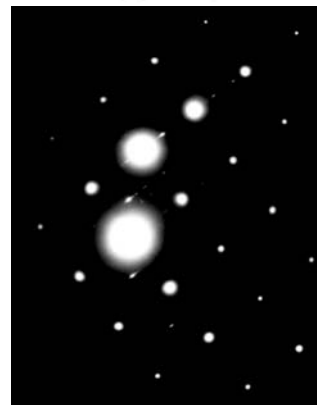
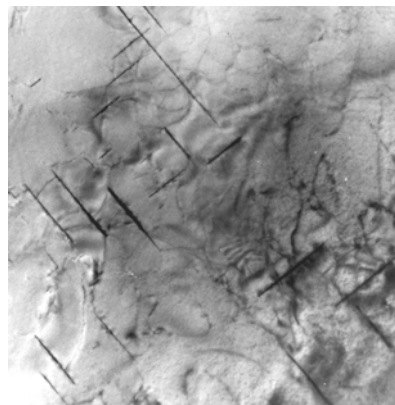
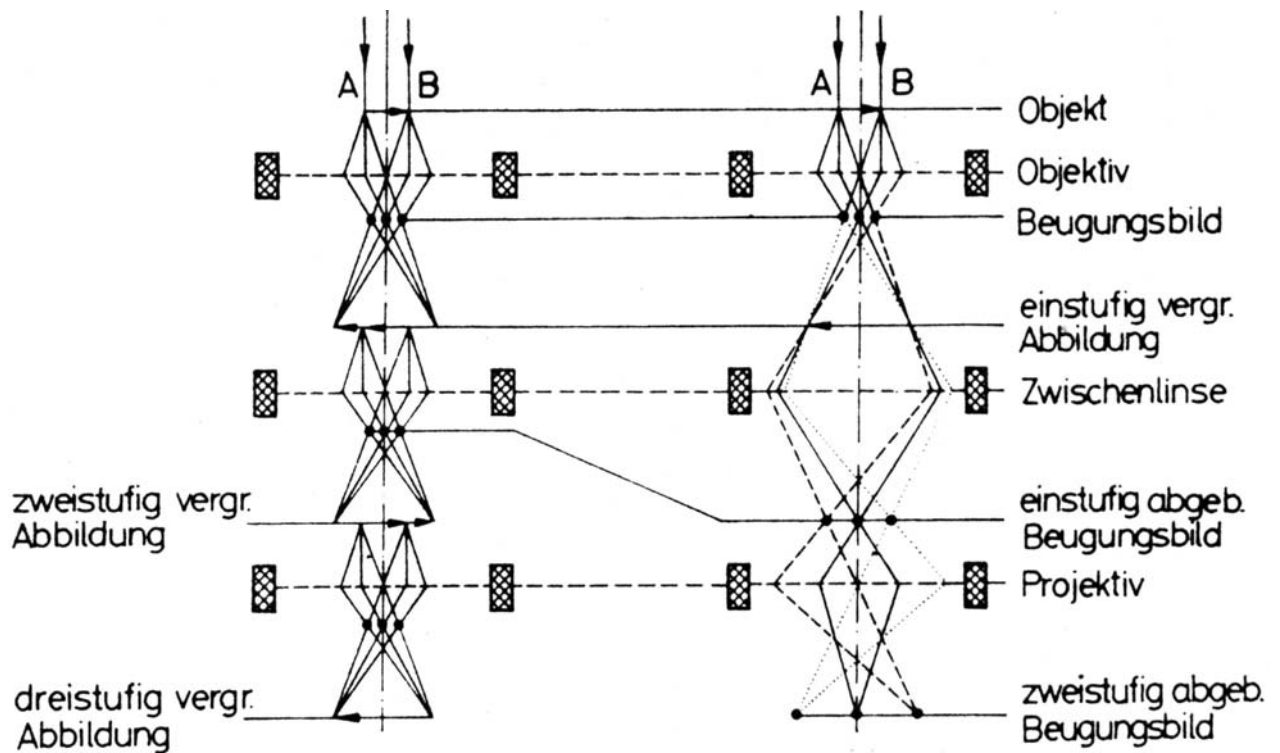
Beobachtungsschirm

Plattenkammer



Probenhalter

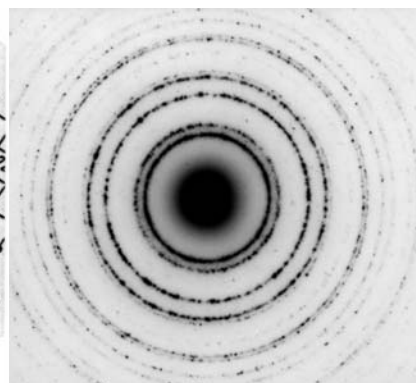
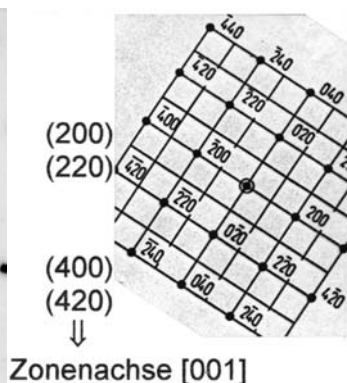
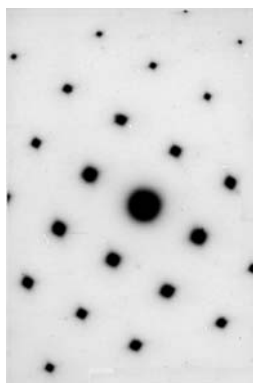
Aufbau der elektronenoptischen Säule



Schematische Darstellung der Strahlengänge für

links: Abbildung

rechts: Elektronenbeugung



Beugungsreflexe:

- (111)
- (200)
- (220)
- (311)
- (222)
- (400)
- (420)
- ...

Beugungsaufnahmen und Indizierung der Reflexe für einen Werkstoff mit kubisch flächenzentriertem Kristallgitter

links: einkristallin

rechts: polykristallin

zur Bestimmung des Gitteraufbaus oder der Orientierung des Kristallites benutzt werden. Werden mehrere, willkürlich orientierte Kristallite gleichzeitig bestrahlt, bilden die vielen Punktreflexe ein Beugungsringsystem.

Nach der Beugungsebene laufen die Beugungsanteile auseinander, wechselwirken miteinander und es entsteht die erste Abbildungsebene. Mit Hilfe der Zwischenlinse kann zwischen dem Beugungsbild- und dem Abbildungsmodus gewählt werden. Beide Moden stehen in unmittelbarer Relation. Damit ist die Grundlage gegeben, unter Einsatz von Blenden sowohl den Kontrast der TEM-Abbildung zu beeinflussen als auch lokale Strukturuntersuchungen mittels Elektronenbeugung (HEED) durchführen zu können. Speziell bei der Feinbereichselektronenbeugung (SAED) wird der betrachtete Probenbereich mit einer Selektorblende begrenzt, so dass das Beugungsbild genau diesem Probenort zugeordnet werden kann. Das Ortsauflösungsvermögen entspricht dem kleinsten Blendendurchmesser mit ungefähr 500 nm.

Die Art und der Kontrast der elektronenmikroskopischen Abbildung werden durch Einsatz und Manipulation der Objektivaperturblende (Größe, Position) in der Beugungsebene beeinflusst. Für die konventionelle TEM werden die Hell- und Dunkelfeldmethode eingesetzt. Im Fall der Hellfeldabbildung wird die Blende in die zentrale Position gebracht und je nach Blendengröße die Beugungsanteile mit großen und mittleren Streuwinkeln ausgeblendet. Folglich werden die Kristallite eines polykristallinen Werkstoffes ohne Vorzugsorientierung mit unterschiedlichen Grauwerten abgebildet. Auch Gitterdefekte wie Versetzungen, Stapelfehler, Zwillinge, Klein- und Großwinkelkorngrenzen können auf diese Weise sichtbar gemacht werden. Für die Dunkelfeldabbildung wird eine kleine Blende eingesetzt und nur ein bestimmter Beugungsanteil hindurch gelassen. Nur die diesen Beugungsanteil verursachenden Kristallite oder Defekte werden hell abgebildet. Bei der hochauflösenden TEM (HRTEM) werden Gitternetzebenen und Atomreihen sichtbar gemacht. Dabei ist es notwendig, sowohl den ungebeugten als auch einen ausgewählten gebeugten Strahlanteil passieren und wechselwirken zu lassen.

Die Zwischen- und Projektivlinsen sind für die Einstellung der Abbildungsvergrößerung zuständig.

## **Vergrößerungsbereiche**

- |                   |                                      |
|-------------------|--------------------------------------|
| 100x – 1.000x     | → Grobauswahl des Untersuchungsortes |
| 5.000x – 200.000x | → konventionelle Abbildung           |
| über 200.000x     | → hochauflösende Abbildung           |

**Auflösungsvermögen** für 200 kV-Geräte: ca. 0,2 nm Punktauflösung

## **Aussagepotenzial für die konventionelle TEM**

- Abbildung von Kristalliten oder amorphen Bereichen in kristalliner Umgebung → Korngröße, -form, -orientierung
- Abbildung von Defekten in Kristalliten und an Grenzflächen
- Phasenanalyse mittels lokaler Bestimmung der Gitterstruktur

## Einschränkungen:

- sehr hoher Präparationsaufwand
- zugänglicher Probenbereich stark eingeschränkt (Transparenz)
- nichttriviale Bildkontrastinterpretation

## **Probenpräparation**

Ziel: Scheibenform, 3 mm Durchmesser, 0,1 mm dick am Rand,  
abgedünnter Mittelbereich

durchstrahlbare Dicke 10 ... 300 nm

Vermeidung von Gefügeänderungen und -schädigung

Grenzflächen sollten senkrecht angeschnitten sein

Schritte: Entnahme und Größenanpassung x,y,z (Sägen)

Planparallelschleifen

Dünnschleifen Plan bis 0,1mm Dicke

Mulde im Zentrum bis 50µm Dicke

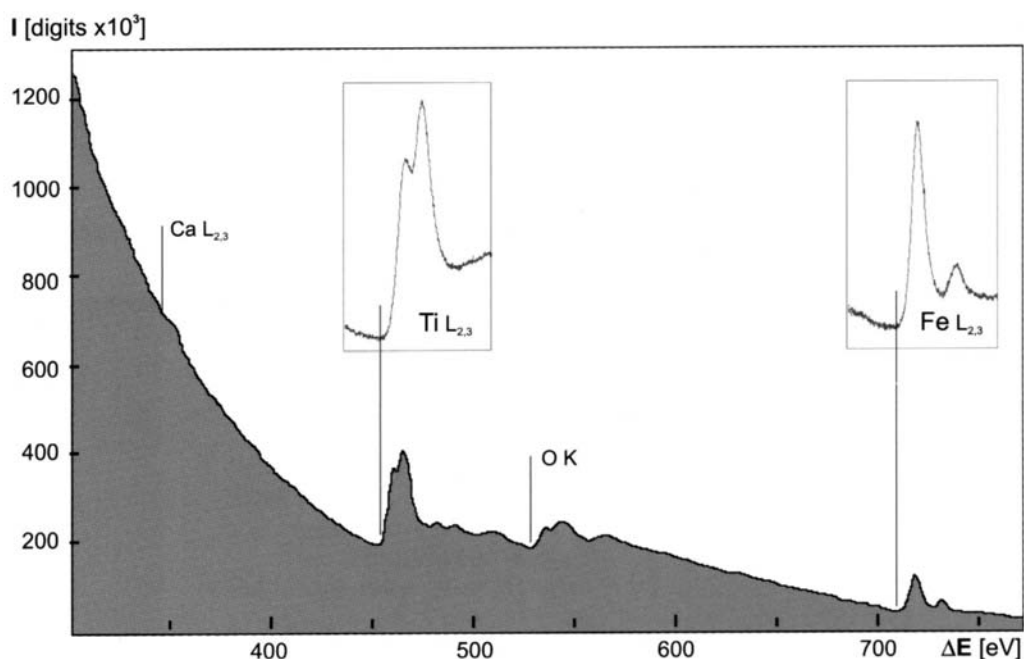
Ionenstrahldünnen bis zur Perforation im Zentrum

## Kombination mit EDXS

Der Einsatz der Röntgenmikrobereichsanalyse erfolgt wie bei der Rasterelektronenmikroskopie. Jedoch bewirkt die geringe Probendicke eine drastische Reduzierung des Anregungs- bzw. Informationsbereiches und damit ein viel höheres Ortsauflösungsvermögen im Vergleich zur REM. Die für die Phasenanalyse einzelner Teilchen notwendige Verringerung des Elektronenstrahlquerschnittes ist von der jeweiligen TEM-Ausstattung abhängig. Das resultierende Ortsauflösungsvermögen liegt zwischen wenigen nm bis einige 10 nm. Ist das TEM mit einer Rastereinheit ausgerüstet können Elementverteilungsbilder (Mapping) erstellt werden.

## Kombination mit EELS

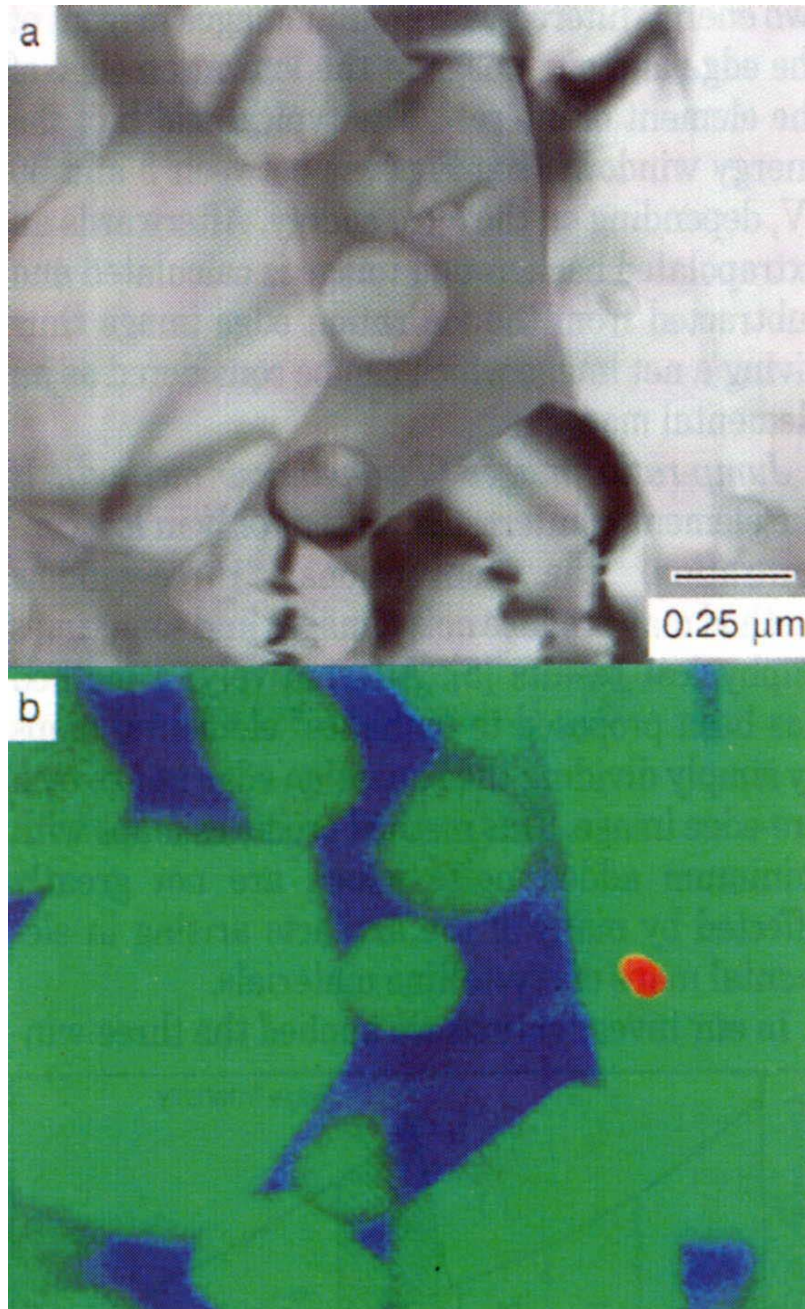
Voraussetzung ist die Ausstattung des TEM mit einem System für die Spektroskopie der Elektronenenergie und die Energiefilterung. Die Auswertung des Energieverlustspektrums ermöglicht die Bestimmung der Elementkonzentrationen und Aussagen zur chemischen Bindung. Im Gegensatz zur EDXS-Methode können leichte Elemente gut erfasst werden. Die Nachweisgrenze liegt bei wenigen At.-%.



Elektronenenergieverlustspektrum mit Absorptionskanten für die Elemente Ca, Ti, O und Fe

## Aussagepotenzial für die analytische TEM (EDXS, EELS)

- Phasenanalyse für Teilchengrößen wenige nm bis einige zehn nm
- zweidimensionale Elementverteilung



Kombination von TEM und EELS, Siliziumnitrid-Keramik

oben: TEM-Aufnahme

unten: Überlagerung von

- EELS-C-Mapping (rot) → SiC
- EELS-N-Mapping (grün) → Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>
- EELS-O-Mapping (blau) → Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>