
Versuch 6:

Transmissionselektronenmikroskopie

Betreuer: Clara Pohl
clara.pohl@rub.de
ICFO 05/313

Inhaltsverzeichnis

1	Versuchsbeschreibung	2
2	Grundlagen.....	2
2.1	Elektronenmikroskopie.....	2
2.2	Aufbau eines Transmissionselektronenmikroskops	3
2.3	Wechselwirkung von Elektronenstrahlen mit Materie	5
3	Elektronenbeugung	6
3.1	Das reziproke Gitter.....	6
3.2	Die Braggsche Gleichung	6
4	Versuchsdurchführung	7
5	Präsentation.....	8
6	Literatur.....	9
7	Weiterführende Literatur.....	9

1 Versuchsbeschreibung

Nachdem in den vorangegangenen Versuchen mikrostrukturelle Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie, Röntgenographische Untersuchungen sowie mechanische Kriechversuche durchgeführt worden sind, liegen nun für die Transmissionselektronenmikroskopie verschiedene Materialzustände vor.

Dazu wird im Rahmen dieses Versuchs zunächst der generelle Ablauf der Probenpräparation besprochen. Anschließend wird der Aufbau und die Funktionsweise eines Transmissions-elektronenmikroskops (TEM) vorgestellt und das TEM praktisch angewendet, um ausgewählte Proben der Legierung CMSX-4 vor und nach Kriechbeanspruchung zu untersuchen.

2 Grundlagen

2.1 Elektronenmikroskopie

Der erste Prototyp eines mit magnetischen Linsen arbeitenden Elektronenmikroskops wurde bereits 1931 von M. Knoll und E. Ruska entwickelt. Es erzielte einen Abbildungsmaßstab von 16:1. Für werkstoffwissenschaftliche Arbeiten sind die seit den späten fünfziger Jahren eingesetzten Durchstrahlungselektronenmikroskope unerlässlich. Das Auflösungsvermögen von Lichtmikroskopen liegt bei nur etwa 200 nm, wohingegen moderne TEMs (Abb. 1) Punktauflösungen von bis zu 0,2 nm (2 \AA) erreichen. Das TEM durchstrahlt Materie (z.B. dünne metallische Folien) mit Hilfe von stark beschleunigten Elektronen. Die Dicke der durchstrahlbaren Folien ist je nach Dichte des Materials und der verwendeten Beschleunigungsspannung des Mikroskops auf 50 - 500 nm begrenzt. Die Elektronen wechselwirken beim Durchgang durch die Materie mit den Atomen und Elektronen und werden dadurch gestreut. Teilweise gelangen die Elektronen zum fluoreszierenden Endbildleuchtschirm im TEM und produzieren eine 2-dimensionale Projektion der 3-dimensionalen Folie.

Aufgrund der hohen Auflösung ist das TEM geeignet, feinste Ausscheidungen zu analysieren, die bei der Wärmebehandlung von Werkstoffen entstehen können und für die mechanischen Eigenschaften technischer Werkstoffe verantwortlich sind. Auch Ausscheidungen im Nanometerbereich, die damit wesentlich kleiner sind als die Auflösungsgrenze von Lichtmikroskopen, können am TEM analysiert werden. Neben Bildern der Mikrostruktur

können auch kristallographische Analysen, wie die Phasenidentifikation mittels Feinbereichsbeugung und Bestimmung von kristallographischen Richtungen am TEM durchgeführt werden. Ebenso wird das TEM eingesetzt um 1- und 2-dimensionale Gitterfehler (Versetzungen und Grenzflächen oder Stapelfehler) zu analysieren, welche die Eigenschaften von Werkstoffen entscheidend prägen können.

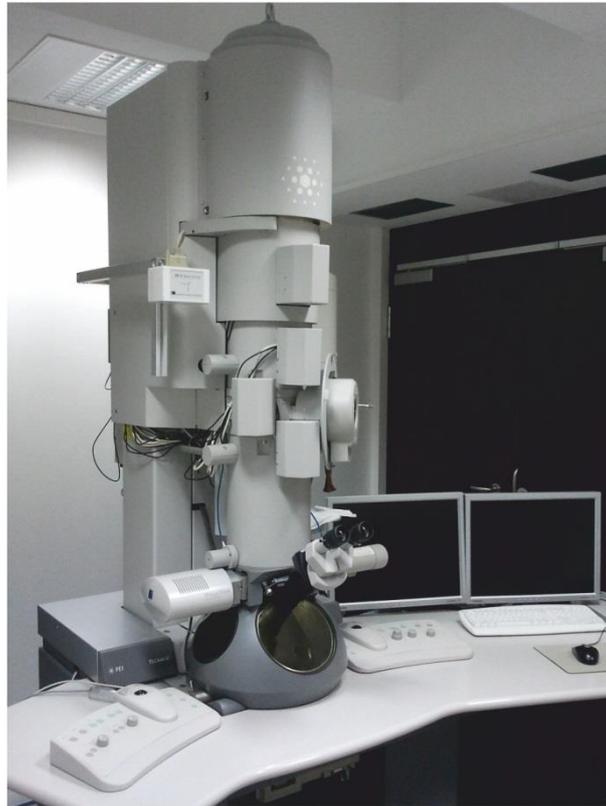


Abbildung 1: Transmissionselektronenmikroskop des Typs Tecnai F20 G² der Firma FEI.

2.2 Aufbau eines Transmissionselektronenmikroskops

Abbildung 2 zeigt schematisch den Aufbau eines TEMs. Durch thermische Emission werden aus der Haarnadelkathode (LaB₆) Elektronen emittiert, die durch die Anode beschleunigt und durch den Wehneltzylinder gebündelt werden („cross over“). Durch die Kondensorenlinse wird der divergente Elektronenstrahl zum ersten Mal fokussiert, und dies genau auf den Ort der Probe. Die Objektivlinse vergrößert die Probe zum einstufig vergrößerten Bild. Mittels der Objektivaperturblende (auch Kontrastblende genannt) werden die in große Winkel gestreuten Elektronen „herausgefiltert“. In der Ebene dieses „1. Zwischenbildes“ befindet sich die sogenannte Selektorblende die für die Feinbereichsbeugung verwendet wird. Zwischenlinse

und Projektivlinse vergrößern das 1. Zwischenbild noch zweimal, wobei sich die Gesamtvergrößerung hintereinander geschalteter Linsen, wie in der Lichtoptik, durch Multiplikation der Einzelvergrößerungen ergibt. Das dreistufig vergrößerte Bild wird auf dem fluoreszierenden Endbildschirm dargestellt bzw. kann nach Wegklappen des Schirms mittels einer darunter angebrachten Digitalkamera aufgenommen werden.

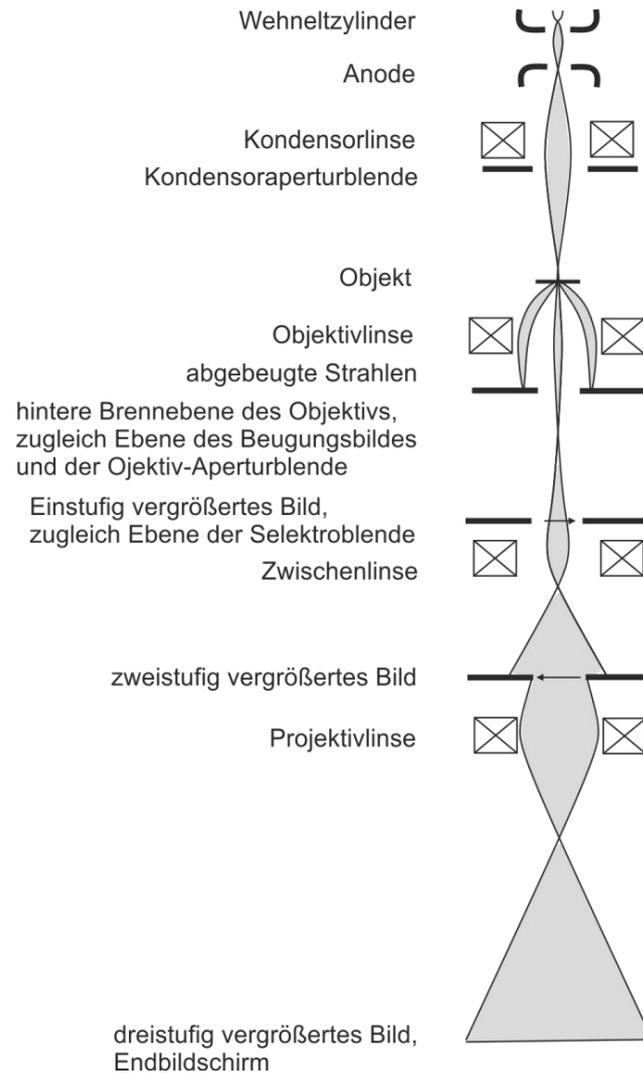


Abbildung 2: Aufbau eines Transmissionselektronenmikroskops, schematisch. Hier nur Strahlengang für dreistufige Hellfeldabbildung dargestellt.

2.3 Wechselwirkung von Elektronenstrahlen mit Materie

Abbildung 3 stellt schematisch verschiedene Arten der Wechselwirkung von einfallenden Elektronen mit dünnen Proben dar.

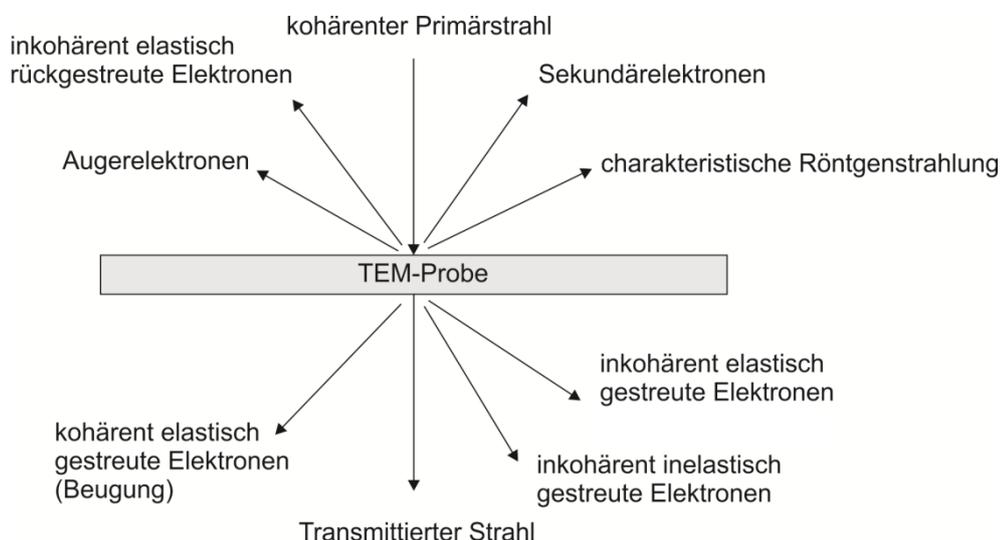


Abbildung 3: Wechselwirkung zwischen Elektronen und TEM-Probe.

Unter der elastischen Streuung werden Wechselwirkungen zwischen Strahlelektronen und Materie verstanden, bei denen die Elektronen praktisch keine Geschwindigkeitsänderung, sondern nur eine Richtungsänderung erfahren. Bei der elastischen Streuung, oder auch Rutherfordstreuung, werden durch Coulombsche Wechselwirkungen die negativ geladenen Elektronen vom positiv geladenen Atomkern angezogen und von deren Bahn abgelenkt. Von weiterer Entfernung wirkt das Atom neutral auf Elektronen, da sich die elektrischen Felder des positiven Kerns und der negativen Hülle kompensieren. Elektronen werden u.a. umso stärker elastisch gestreut, je größer die Ordnungszahl Z des streuenden Atoms ist. Durch Verwendung geeigneter Detektoren kann so ein Ordnungszahlkontrast verschiedener Probenbereiche bzw. Ausscheidungen festgestellt werden.

Bei der inelastischen Streuung verlieren Elektronen aufgrund der Wechselwirkung mit der Atomhülle Energie, sodass Richtung und Geschwindigkeit der Strahlelektronen verändert werden. Bei der inelastischen Streuung können neben Röntgenstrahlen auch Augerelektronen, Sekundär- und rückgestreute Elektronen freigesetzt werden und Phononen (Gitterschwingungen) oder Plasmonen (Schwingungen im Elektronengas) angeregt werden.

Neben elastischer und inelastischer Streuung, bei der der Teilchencharakter der Elektronen von Bedeutung ist, kann die Elektronenstreuung, noch in kohärente und inkohärente Streuung eingeteilt werden. Hierbei wird sich auf den Wellencharakter der Elektronen bezogen.

Der auf die Probe einfallende Elektronenstrahl kann als kohärent angenommen werden, was bedeutet, dass die Wellen in Phase schwingen. Kohärent gestreute Elektronen bleiben in Phase, während inkohärent gestreute Elektronen keine Phasenbeziehung mehr mit dem einfallenden Strahl aufweisen. Elastische Streuung ist in der Regel kohärent und tritt in dünnen, kristallinen Proben auf. Diese Art der Wechselwirkung wird auch als Elektronenbeugung bezeichnet.

3 Elektronenbeugung

3.1 Das reziproke Gitter

Das reziproke Gitter stellt eine Hilfskonstruktion zum Verständnis von Beugungserscheinungen dar. Jede reflektierende Netzebenenschar (h k l) eines Kristalls wird durch einen Punkt im reziproken Gitter dargestellt. So kann eine ganze Netzebenenschar durch den g-Vektor gekennzeichnet werden. Die Menge aller g-Vektoren bildet also das reziproke Gitter.

Folgende Eigenschaften weist ein zu der Ebenenschar (h k l) gehöriger g-Vektor auf:

$$(I) \quad \vec{g} \perp \text{Netzebenenschar} \qquad (II) \quad |\vec{g}| \sim \frac{1}{d_{hkl}} \qquad \text{Gl. 1}$$

3.2 Die Braggsche Gleichung

Einen verständlichen Ansatz zur Erklärung der Beugung von Röntgen- und Elektronenstrahlen an Kristallen liefert die Braggsche Gleichung (Abb. 4). Diese besagt, dass es nur zu einer konstruktiven Interferenz (also Beugung des Elektronenstrahls am Kristallgitter) kommt, wenn der Wegunterschied zwischen zwei Wellen, die auf benachbarte Gitterpunkte stoßen, ein Vielfaches der Wellenlänge λ beträgt. Für die Beugung an einem Kristallgitter folgt daraus:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} \qquad \text{Gl. 2}$$

- n Ordnung der Interferenz (Grad des untersuchten Maximums von der Mitte aus)
 λ Wellenlänge der verwendeten Strahlung
 d_{hkl} Netzebenenabstand
 θ Glanzwinkel oder auch Bragg-Winkel

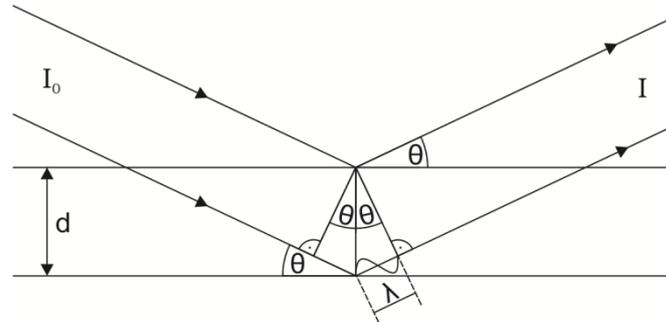


Abbildung 4: Darstellung der konstruktiven Interferenz am Kristallgitter (Braggsche Gleichung).

4 Versuchsdurchführung

Zunächst wird die Präparation der dünnen Metallfolien behandelt. Der Probenherstellung kommt in der Transmissionselektronenmikroskopie eine besondere Bedeutung zu, da sie die Voraussetzung für gute TEM-Aufnahmen ist, aber einen hohen Zeitaufwand und viele Erfahrungswerte erfordert. Der Ablauf vom Ausgangszustand des Materials wird bis hin zur fertigen durchstrahlbaren TEM-Folie aufgezeigt. Hierzu werden die Herstellungsschritte Trennen, Schleifen, Ausstanzen der Probe, elektrolytisches Polieren und ähnliche Techniken besprochen.

Anschließend werden die mikrostrukturellen Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop CM20 von Philips mit einer Beschleunigungsspannung von 200kV durchgeführt. Für die Untersuchungen wird ein „double tilt“ Halter der Firma Philips verwendet, um die zu untersuchenden Proben im TEM zu verfahren bzw. interessierende Zonenachsen einzuorientieren.

Als erstes wird der Ausgangszustand einer CMSX-4 Einkristall Superlegierung mikroskopiert und dabei folgende Untersuchungen durchgeführt:

1. Übersichtsaufnahme, welche den Aufbau dieses Legierungstyps mit geordneten γ^2 -Teilchen und γ -Kanälen zeigt.

2. Einorientierung der Probe in eine Zonenachse und Erstellung eines Beugungsbilds von der kfz-Struktur der γ -Kanäle und der γ' -Teilchen.

Darüber hinaus wird (je nach verbleibender Zeit) der verformte Zustand nach einem vorab durchgeführten Kriechversuch mikroskopiert. Hierbei werden Versetzungsstrukturen und die Formänderung der γ' -Teilchen sichtbar.

5 Präsentation

Die folgende Themenübersicht dient als Leitfaden für die Erstellung der Präsentation:

Im ersten Teil der Präsentationen sollen die Grundlagen zur Transmissionselektronenmikroskopie erläutert werden. Es soll kurz der Aufbau und die Funktionsweise des TEMs vorgestellt werden. Folgende Fragen/Themenbereiche sollten zusätzlich geklärt werden:

1. Typische Anwendungsgebiete benennen, die nur mit dem TEM untersucht werden können.
2. Wie unterscheiden sich typische Proben für die (optische) Metallographie und die Transmissionselektronenmikroskopie?
3. Kurze Darstellung der Bildentstehung von kristallinen Proben sowie der Bragg'schen Gleichung.
4. Auslöschungsregeln für kfz- und krz-Gitter sowie Überstrukturreflexe kurz erläutern.

Im zweiten Teil soll die Auswertung der aufgenommenen/bereitgestellten TEM-Bilder (s. Blackboard) dargestellt werden. Das Beugungsbild (nur die fundamentalen Reflexe) soll mit Hilfe der Methode der Quotienten von R_n (nach Heimendahl: Kap. 3.5 und 3.6) indiziert werden. Die Versetzungsdichtebestimmung soll anhand des Linienschnittverfahrens mit 20 horizontalen und 20 vertikalen Linien durchgeführt werden (in Anlehnung an R. K. Ham). Weitere Informationen zur Auswertung der TEM-Bilder werden im Versuch gegeben.

6 Literatur

- [1] M. v. Heimendahl: Einführung in die Elektronenmikroskopie, Vieweg Verlagsgesellschaft, Braunschweig, (1970). Seiten: 1-25, 78-81, 85-100, 109-114.
- [2] G. Eggeler: Skriptum: Untersuchung von Werkstoffen mit Röntgen-, Elektronen- und Neutronenstrahlen. Seiten: 1-8, 86-98, 143-151.
- [3] G. Eggeler: Skriptum: Werkstoffe der Energietechnik. Seiten: 105-108, 128-132.
- [4] R. K. Ham: The Determination of Dislocation Densities in Thin Films, Philosophical Magazine, 6:69, (1961) pp. 1183-1184.

7 Weiterführende Literatur

- [5] R. Rynko: Transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen zur Mikrostruktur der Co-Re basierten Hochtemperaturlegierung Co-17Re-23Cr-2,6C-1,2Ta + 200 ppm B, Masterarbeit, Institut für Werkstoffe, Ruhr-Universität Bochum, (2011).
- [6] D. B. Williams, C. B. Carter: Transmission Electron Microscopy, Springer, New York, (1996).
- [7] P. B. Hirsch, A. Howie et al.: Electron microscopy of thin crystals, Butterworths, London, (1965).
- [8] T. M. Pollock: Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties, Journal of Propulsion and Power, Vol. 22, No.2, (2006).