

Autor: Dr. Joachim Stabenow
Badische Anilin- & Soda-Fabrik,
Ammoniaklaboratorium,
Ludwigshafen/Rhein

Die Objektivaperturblende im Elektronenmikroskop spielt für das Auflösungsvermögen und den Bildkontrast eine große Rolle. Der Durchmesser der Aperturöffnung liegt gewöhnlich zwischen 10 und 100 μm . Je kleiner er ist, desto größer ist der Anteil der abgefangenen Streuelektronen und um so höher ist der Bildkontrast. Mit einer zu starken Abblendung ist allerdings eine merkliche Einbuße an Auflösungsvermögen verbunden. Auch die Beschaffenheit der Objektivaperturblende beeinflußt die Abbildungsgüte. Beim Mikroskopieren tritt eine Verschmutzung der Blende auf, die sich bei höherer Auflösung äußerst störend bemerkbar macht. Im folgenden wird kurz auf die Ursache der Blendenverschmutzung und auf verschiedene Möglichkeiten zur Verminderung dieser Störung eingegangen und schließlich ein einfaches Herstellungsverfahren für dünnwandige Objektivaperturblenden angegeben, die alle Schwierigkeiten in dieser Hinsicht weitgehend beseitigen.

Die Ursache der Blendenverschmutzung ist grundsätzlich die gleiche wie die der bekannten Objektverschmutzung (contamination)[1]. Infolge der Anwesenheit von Kohlenwasserstoffdämpfen im Vakuum des Mikroskops bildet sich an den von Elektronen getroffenen Stellen im Bohrkanal der Aperturblende eine schlechtleitende Kohlenstoffschicht. Diese Schicht lädt sich leicht auf, wodurch ein zusätzlicher axialer Astigmatismus verursacht und die Bildstabilität vermindert wird.

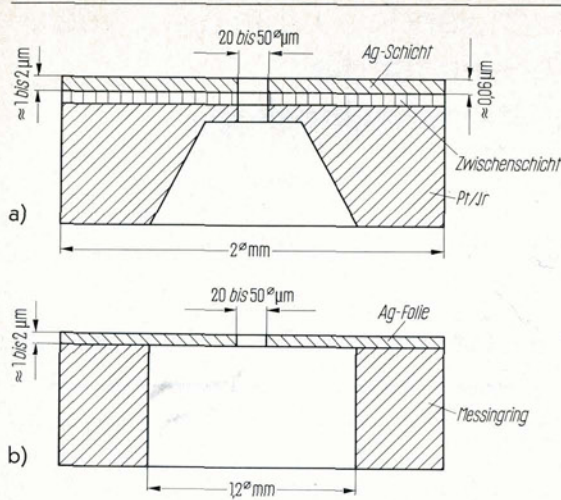
Die üblichen Aperturblenden aus Platin bzw. einer Platinlegierung werden schon nach kurzer Betriebszeit bei hohen Anforderungen an das Auflösungsvermögen unbrauchbar und lassen sich, wenn überhaupt, nur sehr schwer wieder einwandfrei reinigen. Molybdän- und Tantalblenden verschmutzen nach Untersuchungen von Heide [1] genau so schnell wie Platinblenden. Ihr Vorteil diesen gegenüber besteht nur in der bequemeren und wirksameren Reinigungsmethode durch Ausglühen im Hochvakuum.

Zur Verminderung der Störungen durch die Blendenverschmutzung findet man in der Literatur gelegentlich Vorschläge, deren praktische Durchführung und allgemeine Anwendung aber größere Schwierigkeiten bereiten. Nach Ennos [2] dürften Aperturblenden, die während der Bestrahlung auf mindestens 250 °C erwärmt werden, überhaupt nicht mehr verschmutzen. Neuerdings sollen laut Ledbetter [3] für das RCA-Elektronenmikroskop elektrisch geheizte Aperturblenden erhältlich sein. Erfahrungen damit sind uns bisher nicht bekannt geworden. Heide [1] gelang es versuchsweise, die Aperturblende im Elektronenmikroskop selbst durch Erhitzen auf 600 °C

bei einem Luftdruck von 40 Torr zu reinigen. Für den normalen Betrieb erwies sich jedoch eine solche Blende als zu kompliziert. Am besten scheint sich ein weiterer Vorschlag von Heide [1] zu bewähren: radikale Verkürzung des heute meist etwa 30 μm langen Bohrkanals der Aperturblende. Schon Boersch, Raith und Wohlleben [4] hatten übrigens auf die Bedeutung dünner Kontrastblenden zur Vermeidung von Bildstörungen bei der elektronenoptischen Abbildung magnetischer Bereiche nach der Schlierenmethode hingewiesen. Wenn das Verhältnis von Länge zu Durchmesser des Bohrkanals verkleinert wird, sollte sich der Störeffekt wesentlich verringern. Mit einer entsprechenden Versuchsblende aus einer 7 μm dicken Platinfolie und einer Bohrung von 50 μm erzielte Heide tatsächlich die erhoffte Wirkung. Ledbetter [3] bestätigte diesen Befund und gab ein Verfahren zur Herstellung von 0,5 bis 2 μm dicken Lochblenden aus Silber durch Vakuumverdampfung an. Auf einem Kollodiumfilm wird eine kleine Dextran-kugel angebracht, so daß nach dem Aufdampfen des Silbers und dem Auflösen des Kollodiums an dieser Stelle ein Loch in der Metallschicht entsteht.

Diese Methode ist durchaus brauchbar, nur ziemlich mühevoll. Es müssen winzige Kügelchen geeigneter Größe zwischen 20 und 50 μm Durchmesser unter dem Lichtmikroskop herausgesucht und genau an bestimmter Stelle auf dem Kollodiumfilm fixiert werden. Wir haben daher selbst ein einfacheres Herstellungsverfahren ausgearbeitet [5], wobei wir uns gleichfalls der Vakuumverdampfung von Silber bedienen. Der Vorteil besteht in der Verwendung von normalen Viellochaperturblenden aus Platin-Iridium als Unterlage. Dadurch können ohne Schwierigkeit praktisch beliebig viele Blenden mit je 19 oder 37 Löchern in einem Bedampfungsgang angefertigt werden.

Um das Ablösen der empfindlichen Silberfolie von der Unterlage zu erleichtern und eine Ribbildung an den feinen Polierriefen der Blendenoberfläche zu vermeiden, muß vor der Silberbedampfung eine dünne Zwischenschicht aufgebracht werden (Bild 1a). Dafür eignen sich nach unseren Erfahrungen Siliziummonoxyd oder Natriummetaphosphat. Die besten Ergebnisse erzielten wir mit einer etwa 60 nm dicken Natriummetaphosphatzwischenschicht, die nach der Vorschrift von Stiegler und Noggle [6] aufgedampft wurde. Je weniger Riefen und Kratzer die Unterlageblende aufweist, umso leichter gelingt später das Ablösen der Silberfolie. Während sie auf der reinen Unterlage sehr fest haftet und kaum unbeschädigt abgelöst werden kann, blättert das Silber auf der Zwischenschicht schon während der Bedampfung leicht ab. Um dies zu verhindern, muß die Silberbedampfung relativ rasch erfolgen. Bei uns hat sich eine Aufdampfgeschwindigkeit von etwa 70 bis 80 nm/s bewährt. Die Entfernung der Verdampfungsquelle von der Blende ist nicht kritisch; wir wählen meist 4 cm. Das Abheben der Silberfolie geschieht am besten in Wasser.



a) Bedampfte Pt/Ir-Unterlagenblende
b) Fertige Ag-Blende

Bild 1 Zur Herstellung von dünnwandigen Objektivaperturblenden am Beispiel der Einlochblende (nicht maßstabgerecht)

Vorher empfiehlt es sich, mit einer Rasierklinge über die Blendenkante zu streichen. Mit einer feinen Nadel kann, falls erforderlich, das Abschwimmen vom Rand her unterstützt werden. Die Folie wird dann auf einem Messingring (Bohrung 1,2 mm) aufgefangen und mit diesem aus dem Wasser herausgehoben. Die anhaftende Flüssigkeit entfernt man durch Abstellen auf Filterpapier und setzt die fertige Blende (Bild 1b) noch feucht in den Blendenschieber des Elektronenmikroskops ein. Nach dem Trocknen haftet die Silberfolie nämlich nicht sehr fest auf dem Ring. Sollen die Folien nicht gleich nach ihrer Herstellung verwendet werden, so beläßt man sie zweckmäßig auf ihrer Unterlage. Im Vakuum können sie ohne weiteres längere Zeit aufbewahrt werden. Die Pt/Ir-Blenden können immer wieder als Unterlage verwendet werden.

Nach der Ausarbeitung unserer Methode erhielten wir Kenntnis von einer Arbeit von Anthony und Preuss [7], die in ähnlicher Weise durch Vakuumverdampfung Aperturblenden (Lochdurchmesser 100 μm) für einen nicht näher angegebenen Zweck hergestellt haben. Diese Autoren verwendeten keine Zwischenschicht. Möglicherweise war die Oberflächengüte ihrer Unterlagen besser als die unserer Pt/Ir-Blenden oder ihre Aufdampfschichten waren wegen der größeren Dicke (etwa 6 μm) stabiler.

Unsere dünnwandigen Objektivaperturblenden aus Silber mit Öffnungen von 20, 30 und 50 μm (jeweils 37 oder 19 Löcher), die wir jetzt seit über zwei Jahren im ELMISKOP® I und IA ausschließlich benutzen, haben sich sehr gut bewährt. Wir können die Beobachtungen von Heide und Ledbetter in vollem Umfang bestätigen.

Nach stundenlangem Betrieb verursachen diese Blenden selbst bei stark exzentrischer Lage keinen merklichen Astigmatismus. Inzwischen ist auch von anderer Seite über weitere positive Erfahrungen mit derartigen Blenden berichtet worden. Hess und Ban [8] erwähnen, daß die Ausbeute an guten Aufnahmen mit hoher Auflösung beträchtlich größer ist als bei Verwendung der üblichen Aperturblenden. Desgleichen empfiehlt Thon [9] für die Hochauflösungs-Elektronenmikroskopie Folienblenden mit einer Bohrerkanallänge von weniger als 5 μm . Aber nicht nur bei hoher Auflösung, sondern auch für den normalen Mikroskopierbetrieb stellen die dünnwandigen Objektivaperturblenden eine wesentliche Verbesserung dar und sind Monate lang brauchbar. Ihr Störeffekt erreicht nie den einer normalen Blende. Praktisch ist ein Blendenwechsel nur erforderlich, wenn ohnehin im Zuge einer gründlichen Säuberung des Mikroskops der Blendenschieber gereinigt werden muß. Nach der Herstellung entfällt jede Reinigung der Ag-Blenden. Sie lassen sich leicht in großer Zahl anfertigen und ihre Lebensdauer ist normalerweise so hoch, daß kein Bedürfnis nach einer Reinigung zu weiterem Gebrauch besteht.

Herrn Klaus Müller danke ich für verständnisvolle Mitarbeit im Labor.

Schrifttum

- [1] Heide, H. G.: Die Objektverschmutzung im Elektronenmikroskop und das Problem der Strahlenschädigung durch Kohlenstoffabbau. Z. angew. Phys. **15** (1963) S. 116 bis 128
- [2] Ennos, A. E.: The sources of electron-induced contamination in kinetic vacuum systems. Brit. J. Appl. Phys. **5** (1954) S. 27 bis 31
- [3] Ledbetter, M. C.: Verschmutzung der Objektivaperturblende. Referat auf dem Kongreß der Electron Microscope Society of America, New York, 23. bis 28. 1965
- [4] Boersch, H.; Raith, H.; Wohlleben, D.: Elektronenoptische Untersuchungen Weiß'scher Bezirke in dünnen Eisenschichten. Z. Phys. **159** (1960) S. 388 bis 396
- [5] Stabenow, J.: Herstellung dünnwandiger Objektivaperturblenden für die Elektronenmikroskopie. Naturwiss. **54** (1967) S. 163
- [6] Stiegler, J. O.; Noggle, T. S.: Victawet and sodium metaphosphate as parting agents for electr. micr. replicas. Rev. Sci. Instr. **32** (1961) S. 406 bis 408
Vgl. auch Reimer, L.: Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1967, S. 337 bis 338
- [7] Anthony, C. E.; Preuss, L. E.: On the Production of Silver Apertures by the Vacuum Evaporation Technique. Vacuum **9** (1959/60) S. 232
- [8] Hess, W. M.; Ban, L. L.: High Resolution Dark Field Microscopy of Carbon Black. Norelco Reporter **13** (1966), S. 102 bis 107, S. 132
- [9] Thon, F.: Grundlagen und Methodik der Hochauflösungs-Elektronenmikroskopie. Referat während des Seminars über Elektronenmikroskopie, Technische Akademie e. V., Esslingen, 26. 4. bis 28. 4. 1967

© Eingetragenes Warenzeichen

Anfragen richten Sie bitte an eine der Siemens-Geschäftsstellen oder an das Wernerwerk für Meßtechnik, Karlsruhe.