

NOTIZEN

Aufladung kleiner Teilchen im Elektronenmikroskop

LUDWIG REIMER

Physikalisches Institut der Universität Münster (Westf.)

(Z. Naturforschg. 20 a, 151–152 [1965]; eingeg. am 27. November 1964)

MAHL und WEITSCH¹ haben mit einer elektronenoptischen Schattenmethode gezeigt, daß isolierende Schichten (z. B. Formvar, Kollodium oder SiO) im Elektronenstrahl Aufladungen erfahren, die sich örtlich und zeitlich verändern („fluktuierende Ladungen“). Leitende Kohleschichten zeigen diese Erscheinung nicht. Bei der elektronenoptischen Schattenbeobachtung von MgO- und NaCl-Teilchen auf Kohle-Trägerfolien haben wir jedoch eine stationäre Aufladung der Teilchen beobachtet, über die in der vorliegenden Mitteilung berichtet werden soll.

Mit dem Doppelkondensor des Siemens-Elmiskop I wurde ein enger Strahlquerschnitt als Projektionszentrum etwa 200 mm oberhalb des Objektes erzeugt. Die Abbildung erfolgte nur mit der Zwischenlinse. Mit dieser konnten Ebenen bis 50 mm oberhalb und unterhalb des Objektes abgebildet werden. Mit wachsender Defokussierung unterhalb des Objektes wird das Bild einer Netzmasche größer. Das Bild der Teilchen steigt jedoch nicht im gleichen Maße an. Es kann sogar der Fall eintreten, daß die durch die Aufladung der Teilchen hervorgerufene Ablenkung so groß ist, daß sich die Strahlen hinter dem Teilchen in einigen cm Entfernung überschneiden und zum „Verschwinden“ des Projektionsbildes führen. Bei würfelförmigen Teilchen ruft die inhomogene Verteilung des elektrischen Feldes Veränderungen des Projektionsbildes hervor, wie sie in Abb. 1 * in einer Defokussierungsserie zu erkennen sind. Die Aufnahmen sind so nachvergrößert, daß die Gesamtvergrößerung – erkenntlich am Abstand der beiden Teilchen – konstant ist. Man erkennt eine Konzentration der Intensität längs der Würfel-diagonalen (Abb. 1 c–1 e) und eine Verkleinerung des Schattenbildes senkrecht zu den Würfelkanten. In Abb. 1 a ist eine Ebene oberhalb des Objektes abgebildet. Durch die rückwärtig verlängerten Strahlengänge entsteht ein scheinbar vergrößertes Bild der Teilchen. Man beachte auch den hellen Saum um das Objekt.

Um die Ursache dieser Aufladung zu klären, wurde versucht, diese quantitativ zu erfassen. Nimmt man an, daß die Oberfläche des Teilchens auf konstantem Potential V gegenüber der leitenden Kohleschicht liegt, so kann man das den Würfel umgebende elektrische Feld E mit der Methode des elektrolytischen Troges

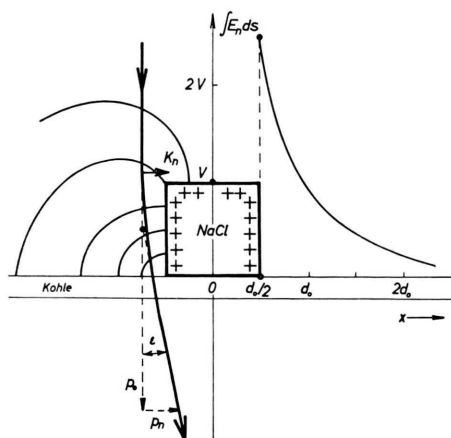


Abb. 2. Skizze zur Ablenkung des Elektrons im inhomogenen elektrischen Feld um ein NaCl-Teilchen (links) und Verteilung von $\int E_n ds$ als Funktion des Abstandes x vom Teilchen (rechts).

experimentell ermitteln. Die zum Elektronenstrahl senkrechte Komponente E_n wirkt auf das Elektron mit der Kraft $K_n = e E_n$ (Abb. 2, links). Während des Fluges durch das inhomogene Feld wird auf das Elektron ein Impuls

$$p_n = \int K_n dt = e \int E_n dt = \frac{e}{v_0} \int E_n ds \quad (1)$$

übertragen ($v_0 = \sqrt{2 e U_0 / m}$ = Bahngeschwindigkeit des Elektrons, U_0 = Beschleunigungsspannung). Mit dem Impuls $p_0 = m v_0$ in Strahlrichtung ergibt sich eine Ablenkung des Elektronenstrahles um den Winkel

$$\epsilon = \frac{p_n}{p_0} = \frac{\int E_n ds}{2 U_0} \quad (2)$$

Die Messung im elektrolytischen Trog wurde so durchgeführt, daß $\int E_n ds$ durch graphische Integration erhalten werden konnte. Abb. 2 rechts zeigt den Verlauf dieser Größe in Abhängigkeit vom Abstand x von dem würfelförmigen Teilchen. Aus der Poissonschen Differentialgleichung $\Delta U = 0$ ersieht man, daß am Rand eines Teilchens $\int E_n ds$ nur von der Aufladung V der Teilchenoberfläche abhängt, aber unabhängig von der Teilchengröße ist.

Mit a = Abstand Objekt – Leuchtschirm, b = Objekt – Zwischenlinse und c = Projektionszentrum – Objekt kann man geometrisch eine Beziehung zwischen dem Bilddurchmesser d_1 des Teilchens und dem Abstand s der von der Zwischenlinse abgebildeten Ebene vom

¹ H. MAHL u. W. WEITSCH, Naturwiss. 47, 301 [1960]; Z. Naturforschg. 15 a, 1051 [1960].

* Abb. 1 auf Tafel S. 152 a.



Objekt angeben (D_1 =Bild einer Netzmasche, D_0 , d_0 =wahre Abmessungen von Netzmasche bzw. Teilchen):

$$\frac{d_1}{D_1} = \frac{d_0}{D_0} - \frac{2\varepsilon}{D_0} \cdot \frac{s}{1+s/c} \quad (3)$$

In Abb. 3 ist d_1/D_1 gegen $s/(1+s/c)$ aufgetragen. Es ergaben sich für NaCl-Teilchen verschiedener Kantenlänge die erwarteten Geraden, aus deren Steilheit der Ablenkwinkel ε und mit (2) $\int E_n ds$ zu entnehmen ist ($U_0=100$ kV). Die in Abb. 3 verzeichneten Werte lie-

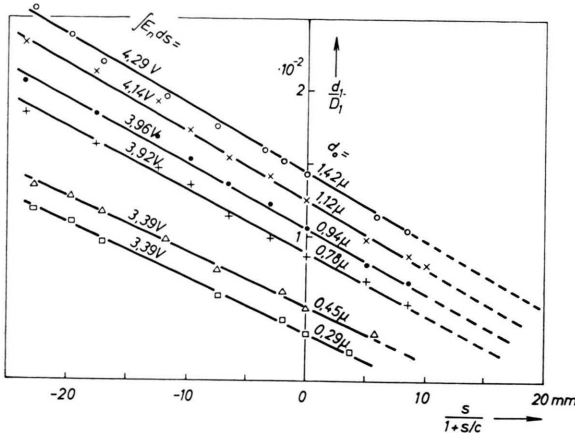


Abb. 3. Messungen des Bilddurchmessers d_1 der Teilchen in Abhängigkeit von der Defokussierung s (positives s unterhalb des Objektes), $U_0=100$ kV.

gen um 4 Volt. Nach Abb. 2 ist $\int E_n ds$ am Rand eines Teilchens etwa 2,5-mal größer als die Aufladung in Volt. Man kann daher auf eine positive Aufladung der NaCl-Teilchen von ca. 1,6 V gegenüber der Kohlefolie schließen. Diese läßt sich mit Sekundärelektronenemission erklären. Nach VÖLKER² haben bei der Bestrahlung von Metallschichten mit Elektronen im Energiebereich 8 bis 40 keV die Sekundärelektronen eine Energieverteilung mit einem Maximum bei 1–2 eV, aber ca. 50% der Elektronen treten noch mit einer Energie größer als 5 eV aus. Da durch den Elektronenbeschuß sicher eine schwache Leitfähigkeit in den NaCl-Kristallen induziert wird, wird die positive Aufladung sich in einem dynamischen Gleichgewicht ausbilden.

Ein Überdampfen der Teilchen mit einer leitenden Kohleschicht unterdrückt den Aufladungseffekt. Kontaminationsschichten, welche während der Bestrahlung aus den organischen Restgasen niedergeschlagen werden, haben keinen erkennbaren Einfluß. Sie zeigen

bekanntlich eine sehr geringe elektrische Leitfähigkeit. Außer bei NaCl, MgO u. a. Alkalihalogeniden wurde diese Erscheinung noch an kugelförmigen PVC-Teilchen beobachtet. Polystyrol-Latex zeigte dagegen keine Aufladung. Auch Platinpulver-Teilchen lassen eine schwache, allerdings negative Aufladung erkennen. Diese ist als Kontaktpotential zwischen der Kohleschicht und dem Platinteilchen mit einer höheren Austrittsarbeit zu deuten. Wegen der unregelmäßigen Gestalt der Pulverteilchen ist eine quantitative Bestimmung nicht möglich. Nach den Literaturwerten ist dagegen die Austrittsarbeit von NaCl und Kohle in der gleichen Größenordnung. Daher wird man zur Deutung der Erscheinungen an diesen Teilchen die oben diskutierte Sekundärelektronenemission heranziehen müssen.

Bei normaler elektronenmikroskopischer Beobachtung mit eingeschaltetem Objektiv beträgt bei einer Aufladung von 2 V die scheinbare Verkleinerung des Teilchenbildes nur einige Å. Um erkennbare Verkleinerungen im elektronenmikroskopischen Bild zu erhalten – für Latexteilchen sind derartige Möglichkeiten von KERN und KERN³ diskutiert –, sind also wesentlich größere Aufladungen erforderlich. Obwohl die Potentialdifferenz zwischen Teilchen und Kohleschicht nur ca. 2 V beträgt, herrscht an der Teilchenoberfläche natürlich eine hohe elektrische Feldstärke. Für kugelförmige Teilchen mit 1 μ Durchmesser läßt sie sich nach der Beziehung $E=U/r$ zu $4 \cdot 10^4$ V/cm abschätzen.

Neben dieser Möglichkeit zur Erfassung sehr kleiner Aufladungen elektronenmikroskopischer Objekte interessiert diese Wirkung der Teilchen als „Mikrolinse“ auch im Zusammenhang mit einer von MÜLLER und MEYERHOFF⁴ diskutierten anomalen Kontrastercheinung bei der Negativ-Kontrastierung. Nur müßte es sich hierbei um Aufladungen handeln, die mehr als 100-mal stärker sind, da bei normaler Fokussierung beobachtet wird. Es läßt sich schwer ein Mechanismus für derartig hohe Aufladungen angeben, da oberhalb Feldstärken von 10^5 V/cm elektrische Durchschläge zu erwarten sind. Durch eine Arbeit von LIPPERT⁵ wurde die obige Deutung des anomalen Kontrastes auch in Frage gestellt.

JÖNSSON und HOFFMANN⁶ beobachten ebenfalls eine positive Aufladung bei isolierenden Oberflächenschichten auf leitender Unterlage. Am Rand eines Folienloches konnten Umlenkwinkel von $2,4 \cdot 10^{-6}$ gemessen werden. Bei unseren Versuchen beträgt $\varepsilon=2 \cdot 10^{-5}$. Der Unterschied in der Größenordnung ist auf geometrische Unterschiede zurückzuführen, die sich auf den Wert von $\int E_n ds$ auswirken.

² M. VÖLKER, Dissertation, Techn. Universität, Berlin 1959.

³ S. F. KERN u. R. A. KERN, J. Appl. Phys. **21**, 705 [1950].

⁴ G. MÜLLER u. K. MEYERHOFF, Nature, Lond. **201**, 590 [1964].

⁵ W. LIPPERT, Naturwiss. **51**, 408 [1964].

⁶ C. JÖNSSON u. H. HOFFMANN, Optik **21**, 432 [1964].

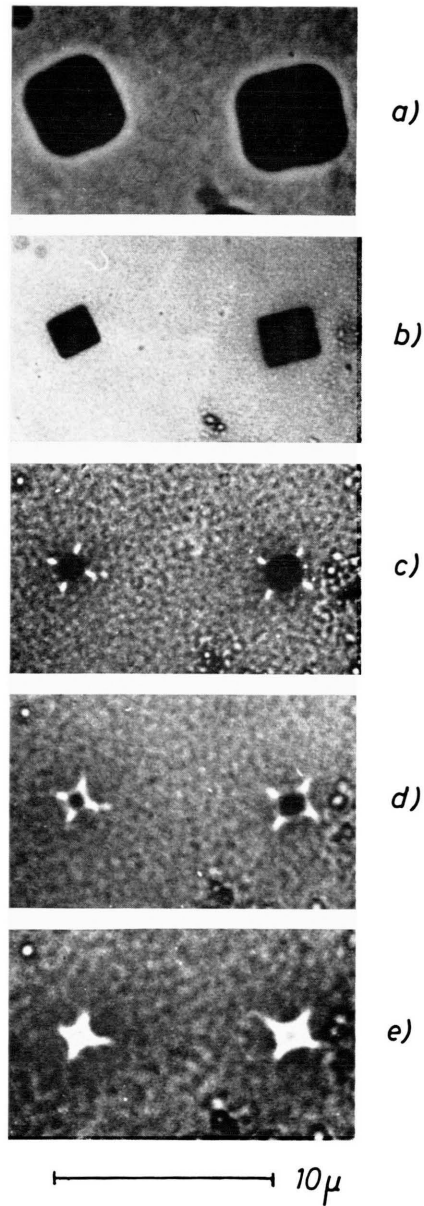


Abb. 1. Defokussierungserie mit der Zwischenlinse von 2 würfelförmigen NaCl-Teilchen, a) 50 mm oberhalb des Objektes, b) fokussiert, c) 20 mm, d) 30 mm, e) 50 mm unterhalb des Objektes ($U_0=80$ kV).

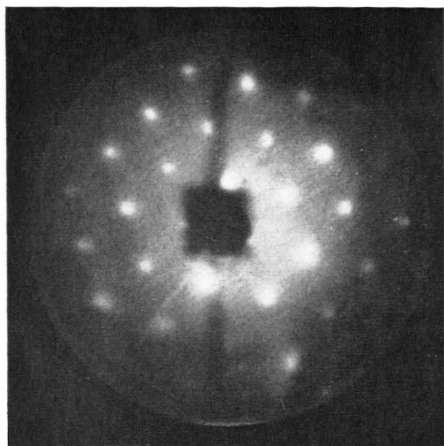


Abb. 1 a.
Glimmer (001)



Beugung bei 110 eV.

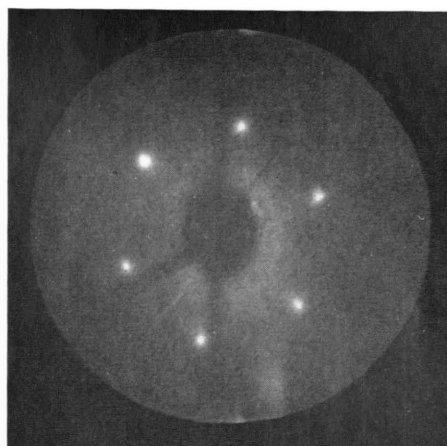


Abb. 1 b.
Silber (111)
saubere Oberfläche

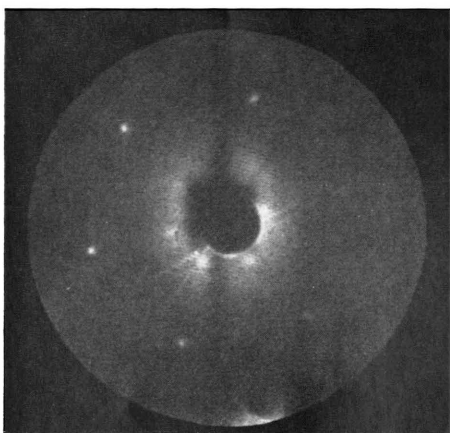


Abb. 2 a.
Silber (111)
gasbelegt, Struktur I



Beugung bei 45 eV.

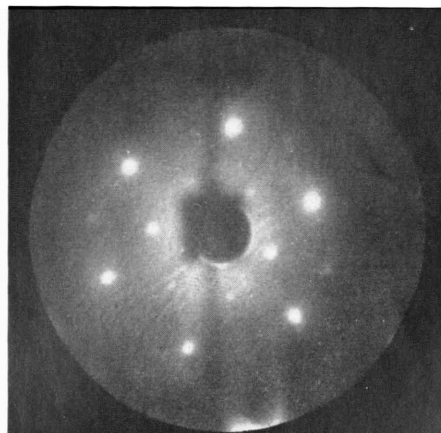


Abb. 2 b.
Silber (111)
gasbelegt, Struktur II