

[Aus dem Hochspannungsinstitut Neubabelsberg<sup>1)</sup> der Technischen Hochschule Berlin.]

## Die elektronenmikroskopische Abbildung elektronenbestrahlter Oberflächen.

Von E. Ruska in Berlin.

Mit 4 Abbildungen. (Eingegangen am 2. Mai 1933.)

Die Anordnung eines magnetischen Elektronenmikroskops für die Beobachtung von Oberflächen in auffallender Elektronenstrahlung wird beschrieben und an zwei Abbildungen gezeigt, daß auch diese Art der Elektronenmikroskopie Bilder solcher Flächen liefert. Die grundsätzlichen Verbesserungsmöglichkeiten der Methode werden erörtert.

Es wurden kürzlich<sup>2)</sup> die verschiedenen Möglichkeiten elektronenmikroskopischer Untersuchungen angegeben. Inzwischen konnte experimentell gezeigt werden<sup>3)</sup>, daß die *Durchstrahlungsmethode* auch bei ununterbrochenen, dünnen Objekten (Folien) trotz der hierbei eintretenden Inhomogenisierung der mit gleicher Geschwindigkeit, d. h. *einfarbig* auftreffenden Strahlung, an Einzelheiten reiche Strukturbilder zu liefern vermag. Das Studium und die Deutung dieser Einzelheiten wird naturgemäß das Anwendungsgebiet des Elektronenmikroskops beträchtlich über das bisher experimentell in Angriff genommene Gebiet (Untersuchung von Kathoden, also *selbstemittierenden* Flächen) hinaus vergrößern. Eine andere, wesentliche Erweiterung des Anwendungsbereiches bedeutet die Möglichkeit, Oberflächen jeder Art mittels der reflektierten Kathodenstrahlung zu betrachten. Tatsächlich lassen sich solche Bilder im Elektronenmikroskop beobachten.

Fig. 1 zeigt schematisch einen Schnitt durch das für derartige Untersuchungen umgebaute magnetische Elektronenmikroskop. Die — dauernd an der Quecksilberpumpe liegende — Metallvakuumapparatur entspricht der früher<sup>4)</sup> beschriebenen, nur ist das Entladerohr mit der das Elektronenstrahlbündel begrenzenden Anodenblende seitlich unter rechtem Winkel an die Apparatur angeschraubt. Im Schnittpunkt der beiden zueinander senkrechten Achsen von Entladerohr und Objektivspule ist ein dreh- und

<sup>1)</sup> Vorstand: Prof. A. Matthias.

<sup>2)</sup> M. Knoll u. E. Ruska, ZS. f. Phys. 78, 318, 1932.

<sup>3)</sup> B. v. Borries u. E. Ruska, ZS. f. Phys. 83, 187, 1933.

<sup>4)</sup> Vgl. Anmerkung 2, a. a. O., S. 329ff.

verschiebbarer Objektträger mit guter Wärmeableitung angebracht, der ebenso wie das magnetische Objektiv und der Bildauffangschirm (Leuchtschirm) auf Anodenpotential (Erde) sich befindet.

Die Objekte (bisher Bleche aus verschiedenen Elementen, meist Metallen, bei verschiedener Oberflächenbehandlung) werden „beleuchtet“ mit Elektronen von 20 bis 80 kV Geschwindigkeit. Die Oberflächenbilder wurden in etwa zehnfacher Vergrößerung auf einem Calciumwolframat-schirm entworfen und mit Kamera und Linse von außen aufgenommen<sup>1)</sup>.

Bei den abbildenden Elektronen, die vom Objekt in die Öffnung der Objektivspule gelangen, handelt es sich daher um rückdiffundierte<sup>2)</sup> Elektronen, die — wie es auch die Versuche bestätigen — bekanntlich fast alle ihre annähernd volle Geschwindigkeit beibehalten haben. Die geringe Geschwindigkeitsinhomogenisierung bei der Rückdiffusion hat eine gewisse Unschärfe der Oberflächenbilder zur Folge, welche auch bei der Abbildung durchstrahlter Metallfolien<sup>3)</sup> — dort infolge der Inhomogenisierung durch die verschieden großen Geschwindigkeitsverluste beim Objektdurchgang — in ähnlicher Weise auftritt.

Um zunächst einigermaßen helle Bilder zu erhalten, wurden mit 60 kV-Elektronen Bleche aus schweratomigen Metallen bestrahlt, weil deren Rückdiffusion relativ hoch ist<sup>4)</sup>. Da die rückdiffundierte Strahlung im Gegensatz zur einfallenden eine sehr große Apertur hat, gelangt nur ein

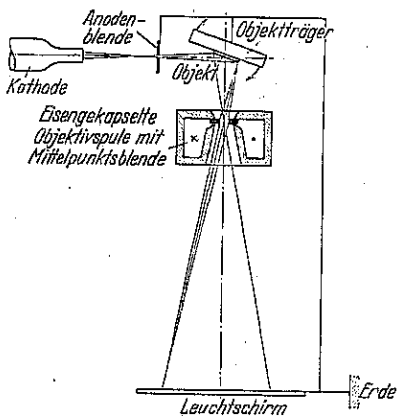


Fig. 1. Schematischer Schnitt durch die Versuchsanordnung.

Um zunächst einigermaßen helle Bilder zu erhalten, wurden mit 60 kV-Elektronen Bleche aus schweratomigen Metallen bestrahlt, weil deren Rückdiffusion relativ hoch ist<sup>4)</sup>. Da die rückdiffundierte Strahlung im Gegensatz zur einfallenden eine sehr große Apertur hat, gelangt nur ein

<sup>1)</sup> Die sonst im Hochspannungsinstitut benutzte Methode des Auffangens der Bilder auf metallbestäubten Glasschirmen war hier aus Helligkeitsgründen nicht möglich, so daß die Körnigkeit des Calciumwolframat-schirms in Kauf genommen werden mußte. Der Übergang zu der sowohl kernfreien als weitaus empfindlichsten Methode der Innenaufnahme wird bei sehr hohen Vergrößerungen (10<sup>4</sup> und darüber) notwendig und ist daher in Angriff genommen.

<sup>2)</sup> Zu den hier gebrauchten Bezeichnungen (rückdiffundiert und echt reflektiert) vgl. die Definitionen bei P. Lenard, Quantitatives über Kathodenstrahlen aller Geschwindigkeiten. Heidelberg 1925.

<sup>3)</sup> Vgl. Anmerkung 3, S. 492, a. a. O., S. 191, Fig. 4.

<sup>4)</sup> Die Rückdiffusion liegt zwischen 20 bis 80 kV etwa bei 0,5 der einfallenden Stromdichte; vgl. obige Anmerkung 2, a. a. O., S. 233, Tabelle 17.

sehr geringer Anteil durch die Mittelpunktsblende des Objektivs. Diese wurde bei der bisherigen Anordnung etwa gleich einem Drittel der Spulenöffnung gemacht, um durch die Ausblendung der Randstrahlen scharfe, von Öffnungsfehlern der Spule freie Bilder zu erhalten.

Fig. 2 zeigt die Oberfläche eines 0,4 mm starken Kupferbleches mit einer Bohrung von 1 mm. Die Abbildung erfolgte bei fast streifendem Einfall der Kathodenstrahlen, so daß der Bohrgrat einen langen „Elektronenschatten“ auf das Blech warf. Das Oberflächenbild ist recht unscharf, d. h. die Strahlung *schlecht monochromatisch*, was damit zusammenhängen dürfte, daß die Oberfläche infolge starker Erhitzung durch die Strahlen bei dieser Abbildung oxydiert war. Bedeutend schärfer ist schon die zweite

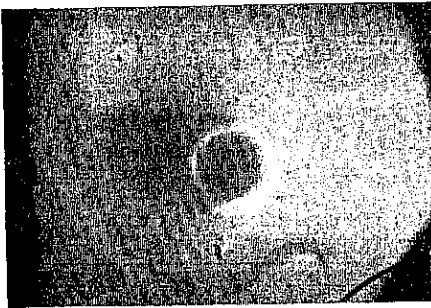


Fig. 2. Kupferblech mit Bohrung, Oberfläche oxydiert, Einfallswinkel etwa  $85^\circ$ .

Aufnahme (Fig. 3), bei der eine runde, 0,4 mm starke Goldplattenscheibe mit verschiedenen großen, in einem Sechseck angeordneten Löchern bestrahlt wurde. Der Einfallswinkel betrug etwa  $60^\circ$ , der Winkel zwischen einfallendem Strahl und Blech also  $30^\circ$ ; die Einfallrichtung ist auf dem Bild von rechts. Man sieht außer den Bohrungen noch die eingeritzte Zahl 71 (spiegelbildlich) und

ein Stück des runden zu den Löchern konzentrischen Scheibenrandes. Die beiden anderen runden Bildbegrenzungen (rechts und links auf der Abbildung) sind die Elektronenschatten der zylindrischen Köpfe zweier die Kreisscheibe von außen festklemmender Schrauben. Das beleuchtete Feld hat, da der Strahlquerschnitt kreisrund ist, natürlich die Form einer langgestreckten Ellipse (lange Achse waagrecht). Zum Vergleich sei noch in Fig. 4 das etwas stärker vergrößerte Durchstrahlungsbild der gleichen Blende gegeben, das entsprechend der nicht vorhandenen Geschwindigkeitsinhomogenisierung und Aperturvergrößerung sehr viel schärfer ist.

Für das Auge sieht die Oberflächenstruktur der Scheibe anders aus als im Elektronenbild (Fig. 3). Dies ist auch nicht anders zu erwarten, da das Licht ja nicht, wie die Kathodenstrahlen, einige 100 Atomdicken tief in das Objekt eindringt. Der Wert von Oberflächenuntersuchungen im Elektronenmikroskop liegt ja auch, abgesehen von der theoretisch möglichen, experimentell bis heute aber noch nicht verwirklichten, um

Größenordnungen höherer Auflösung gerade in dieser Andersartigkeit des Reflexionsvorganges und der dadurch möglichen Sichtbarmachung *anderer* Einzelheiten.

Bei den in Fig. 2 und 3 dargestellten Objekten lag die Blechstärke wesentlich über der Rückdiffusionsdicke. Bestrahlt man dünnere Gegenstände, also Folien, so müssen die Oberflächenbilder mit abnehmender Foliendicke einerseits lichtschwächer werden, weil ein steigender Anteil der Elektronen die Folie durchdringt und nicht mehr rückdiffundieren

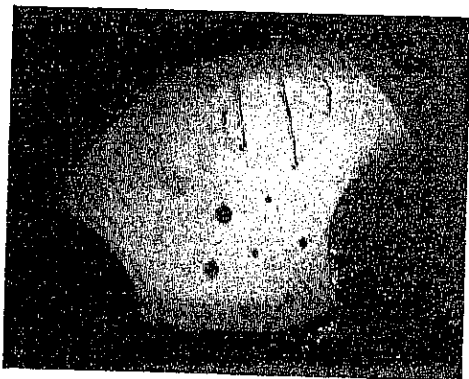


Fig. 3. Goldplatinseibe mit sieben verschieden großen Bohrungen, Einfallswinkel etwa  $60^\circ$ .

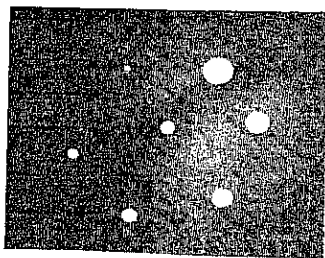


Fig. 4. Durchstrahlungsbild der Goldplatinseibe der Fig. 3 bei etwas stärkerer Vergrößerung (13fach) (Seitenverkehrt).

kann. Andererseits müssen die Bilder schärfer werden, weil die rückdiffundierenden Elektronen durchschnittlich kürzere Wege im Metall zurückgelegt haben und daher monochromatischer geblieben sind.

Eine wesentliche Abhängigkeit der Intensität und Homogenität der rückdiffundierten Strahlen von Ein- und Austrittswinkeln zeigte sich nicht. Bei festem, rechtem Winkel zwischen einfallendem Strahl und Objektivachse bildete sich die bestrahlte Fläche in jeder Winkelstellung (fast innerhalb des ganzen Bereiches von 0 bis  $90^\circ$ ) zur Objektivachse ab. Jedoch variierte die bei senkrechter Lage des Objekts zur Objektivachse (bei streifendem Eintritt des beleuchtenden Strahles) konstante Schärfe des ganzen Bildfeldes entsprechend der geringen Tiefenschärfe der gegebenen Anordnung in dem optisch zu erwartenden Sinn, wenn die Objekte unter kleinen Winkeln zur Objektivachse abgebildet wurden.

Unbefriedigend bei Oberflächenuntersuchungen ist bisher die geringe Schärfe der Abbildungen. Wie schon bei der Bestrahlung dicker Folien

zeigt sich auch hier wieder die große Wichtigkeit einer achromatischen Elektronenlinse. Solange dies Problem experimentell ungelöst ist, bleibt nichts anderes übrig, als das durch bewußte Maßnahmen anzustreben, was bei der Abbildung von Kathoden von selbst eintritt, nämlich die Homogenisierung der inhomogenen Ausgangsstrahlung. Unter *Inhomogenitätsgrad* verstehen wir die prozentuale Abweichung der extremsten, noch merkbar häufig vertretenen von der häufigsten Voltgeschwindigkeit. Bei der Kathodenabbildung werden ja die mit großen relativen Geschwindigkeitsunterschieden, aber kleinen absoluten Geschwindigkeiten anstretenden Elektronen durch die hohe Potentialdifferenz der Entladungsröhre stark beschleunigt und dadurch homogenisiert.

Man muß also auch bei der Foliendurchstrahlung und Oberflächenbestrahlung zwischen Objekt und Objektiv eine genügend hohe Beschleunigungsspannung legen, die indessen die optische Konfiguration der Elektronenbahnen nicht stören darf, d. h. das entsprechende Beschleunigungsfeld muß selber Linseneigenschaften besitzen. Diese Bedingung läßt sich durch eine achsensymmetrische Lochelektrodenanordnung erfüllen, wie solche für die Elektronenmikroskopie entwickelt wurde<sup>1)</sup>. Bei der experimentellen Verwirklichung muß man in einer optisch möglichst fehlerfreien Anordnung auf möglichst kurzer Strecke zwischen Objekt und Objektiv ein möglichst großes Beschleunigungsverhältnis (Voltgeschwindigkeit hinter zu der vor dem Beschleunigungssystem) anstreben.

Verwendet man für den Beleuchtungsstrahl Voltgeschwindigkeiten von mehreren Kilovolt, um mit *rückdiffundierten* Strahlen tiefere Metallschichten der Untersuchung zugänglich zu machen, so ergeben sich für große Beschleunigungsverhältnisse sehr bald experimentell schwer beherrschbare Beschleunigungsspannungen. Eine weitere Schwierigkeit liegt in dem zweiten Erfordernis, eine kurze Brennweite des magnetischen Objektivs bei der nun sehr hohen Strahlgeschwindigkeit zu verwirklichen. Interessieren lediglich die ersten Atomschichten des Objekts, so wird man langsame Elektronen ( $< 12$  Volt) zur Beleuchtung benutzen. Dann gelingt leicht eine weitgehende Homogenisierung der echt reflektierten Strahlung, weil das Beschleunigungsverhältnis ohne Schwierigkeit sehr hoch gemacht werden kann. Es wird in diesem Fall vielfach schon die Sammelwirkung des Beschleunigungssystems zur Bilderzeugung ausreichen, so daß das magnetische Sammelfeld entbehrt werden kann. Allerdings ist eine solche

---

<sup>1)</sup> E. Brüche u. H. Johannson, Naturwissensch. 20, 353, 1932; ferner H. Johannson u. O. Scherzer, ZS. f. Phys. 80, 183, 1933.

Abbildung nicht so monochromatisch als im Fall der zusätzlichen magnetischen Linse. Der Grund hierfür liegt darin, daß dann für die ersten Schichten der elektrischen Linse, welche zur Gesamtbrechkraft wesentlich beitragen, der Inhomogenitätsgrad noch annähernd ebenso groß ist wie bei der vom Objekt ausgehenden Strahlung.

Die Mittel für die vorliegenden Versuche wurden von der „Gesellschaft der Freunde der Technischen Hochschule Berlin“ zur Verfügung gestellt, der ich hierfür meinen besten Dank aussprechen möchte. Dem Leiter des Laboratoriums, Herrn Prof. A. Matthias, bin ich für die Ermöglichung und Unterstützung der Arbeiten zu großem Dank verpflichtet.