

Abb. 2: Analyse der Gitterverzerrungen in einem freistehenden GaInAs Quantenpunkt auf einem GaAs Substrat. Die Dimensionen der Bild-Einheitszelle im Quantenpunkt, a_1 , a_2 und b , wurden direkt aus der HREM-Abbildung bestimmt und verglichen mit den Werten im Substrat, a_{10} , a_{20} , b_0 . (a) Experimentelle HREM-Aufnahme, $\langle 110 \rangle$ -Projektion. (b) Analyse der Scherung der Bild-Einheitszelle, zeigt die Relaxation des tetragonal verzerrten Gitters des Quantenpunkts aus Material mit größeren Gitterkonstanten, \blacktriangle : $a_2/a_1 > a_{20}/a_{10}$; \triangle : $a_2/a_1 < a_{20}/a_{10}$. (c) Analyse der Fläche der Bild-Einheitszelle unterscheidet Materialien unterschiedlicher Gitterkonstanten, \blacktriangle : $(a_1+a_2) b > (a_{10}+a_{20}) b_0$; \triangle : $(a_1+a_2) b < (a_{10}+a_{20}) b_0$. Die Größe der Symbole ist proportional zur Stärke der Scherung bzw. der Differenz der Flächen der Bildeinheitszellen in Substrat und Quantenpunkt [1].

wicklung neuer Geräte mit Elektronenmonochromatoren, die die Informationsübertragungsgrenze deutlich in den sub-Ångström-Bereich bringen sollen. Ein wichtiges theoretisch zu lösendes Problem ist das der inversen Beugung, d. h. die Ermittlung des projizierten Probenpotentials aus der rekonstruierten Austrittswellenfunktion. Die Diskrepanz der Kontraststärke zwischen simulierten und experimentellen Bildern verlangt dringend nach einer Erklärung. Anstrengungen auf all diesen Gebieten werden schon unternommen und zeigen erste Erfolge. Die *in-situ* Untersuchung dynamischer Vorgänge auf atomarer Skala wird sicher in Zukunft verstärkt Anwendung finden und die hochauflö-

sende Transmissions-Elektronenmikroskopie wird auch im neuen Jahrtausend ein interessantes und nützliches Arbeitsgebiet bleiben.

[1] D. J. Smith: *The Realization of Atomic Resolution with the Electron Microscope* Rep. Prog. Phys. **60** (1997), 1513–1580.

[2] F. Phillipp: *Advances in High-Resolution Transmission Electron Microscopy* Materials Transactions, *JIM*, **39** (1998), 888–902.

[3] F. Ernst and M. Rühle: *Present Developments in High-Resolution Transmission Electron Microscopy*. Current Opinion in Solid State & Materials Science **2** (1997), 469–476.

Tutorial (T4):

In-situ Elektronenmikroskopie

U. Messerschmidt
Max-Planck-Institut
für Mikrostrukturphysik,
Weinberg 2, D-06120 Halle/Saale

Bei einem *In-situ* Experiment in einem Elektronenmikroskop wird eine Probe nicht einfach betrachtet und bezüglich ihrer kristallographischen und chemischen Struktur analysiert. Die Probe wird gezielt äußeren Einflüssen ausgesetzt, die diese verändern. Die Veränderungen werden in Abhängigkeit von der Zeit bzw. der äußeren Belastung beobachtet und registriert. Meist sind hierzu spezielle Apparaturen zur Probenbeeinflussung im Objektraum der Mikroskope notwendig. Bei der Vielzahl der elektronenmikroskopischen Techniken (um nur die wichtigsten zu nennen: Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM), Hochauflösungs-Mikroskopie (HREM), Raster-Elektronenmikroskopie (SEM), Gasumgebungs-Mikroskopie (ESEM), Reflexions-Elektronenmikroskopie (REM), Photoelektronen-Emissionsmikroskopie (PEEM) und Mikroskopie mit Elektronen niedriger Energie (LEEM) und den sehr mannigfachen Möglichkeiten, Veränderungen an den Proben hervorzurufen, ist das Spektrum der *In-situ* Techniken sehr vielseitig. Die wichtigsten Einflüsse auf die Proben

sind: Bestrahlung mit Elektronen (die in vielen Fällen unbeabsichtigt im Elektronenmikroskop auftritt und bei *In-situ* Experimenten zu Artefakten führen kann), Ionen und Photonen, Ultrahochvakuum und gegenüber dem Mikroskopvakuum erhöhtem Gasdruck einschließlich Kristallwachstum und -abbau, tiefe und hohe Temperaturen, magnetische und elektrische Felder, elektrischer Stromfluss und mechanische Belastung. In den meisten Mikroskoptypen wurden viele dieser Belastungen einzeln realisiert, oft gibt es auch die Kombination mit erhöhten Temperaturen. Kommerziell erhältlich sind besonders Heiz- und Dehntische für die TEM und SEM.

Bei der Konstruktion von Apparaturen für *In-situ* Versuche treten neben anderen die folgenden Probleme auf. Bei vom Mikroskopvakuum abweichendem Gasdruck im Probenraum muss dieser vom übrigen Mikroskop abgetrennt werden. Meist wird dazu differentielles Pumpen mit einer zusätzlichen Pumpe und jeweils zwei Blenden auf jeder Seite des Objekts angewendet. Der maximale Druck in der Zelle hängt dann von den Blendendurchmessern und der Saugleistung der Pumpe ab. Bei den meisten kommerziellen Heiztischen werden die Probenhalter mit elektri-

scher Widerstandsheizung erwärmt. Im TEM ist meist aus Platzgründen keine sehr gute Wärmeisolation des Probenhalters möglich. Die beschränkte Oberflächenbelastbarkeit der Heizdrähte beschränkt dann die Maximaltemperatur auf etwa 1000 °C. Zum Erreichen höherer Temperaturen wurde Elektronenstoßheizung erstmals am Höchstspannungs-Elektronenmikroskop (HVEM) in Osaka angewendet. Damit lassen sich sehr hohe Heizleistungen auf kleinem Raum erzielen. Bei Apparaturen zur Verformung von Werkstoffen im TEM besteht das Problem, die zur Probenverformung notwendige, relativ große mechanische Arbeit entweder in dem kleinen Raum innerhalb einer Kipp-einrichtung zu erzeugen, oder die Bewegung von außen ruckfrei auf diese zu übertragen. Eine günstige Möglichkeit zum Dehnungsantrieb auf dem Kipptisch ist die thermische Ausdehnung eines Stabes. Dieses Prinzip gekoppelt mit der Probenheizung durch Elektronenstoß wurde bei der vom Autor entwickelten Apparatur für Verformung von Proben oberhalb von 1000 °C im halleschen HVEM benutzt [1].

Im Vortrag wurde dann anhand von Beispielen aus der Literatur gezeigt, welche Probleme der Materialforschung mit *In-situ* Experimenten vorteilhaft bearbeitet werden können. Mit Teilchenbestrahlung lassen sich Werkstoffe im Nanometerbereich strukturieren. Dabei können bei Elektronenbestrahlung Selbstorganisations-Effekte der Strahlenschäden ausgenutzt werden. Mit einem fokussierten Elektronenstrahl können auch gezielt Fremdatomstrukturen implantiert werden. Die Vorgänge bei der Laserbearbeitung von Werkstoffen wurden mit gepulsten Abbildungen bis herunter in den Nanosekundenbereich zeitlich aufgelöst. Arbeiten zum Kristallwachstum, auch mit Molekularstrahlepitaxie (MBE) und chemischer Dampfabcheidung (CVD), wurden erfolgreich in praktisch allen Mikroskoptypen durchgeführt. Für die Katalyseforschung wurden spezielle PEEMs entwickelt, mit denen z. B. die Geschwindigkeiten von Reaktionsfronten bei der Oxidation von CO gemessen wurden. Versuche zur Elektromigration in Leiterbahnen wurden sowohl im TEM wie auch im SEM

durchgeführt. Wichtig ist hier die mögliche Korrelation zwischen den Orten des Versagens der Leiterbahnen und der sog. Hillocks und der kristallographischen Orientierung der Körner und der Korngrenzen. Die Elektronenmikroskopie magnetischer Strukturen wird zunehmend wichtig, da die Anwendungsstrukturen im Zuge der Miniaturisierung in die Größe der magnetischen Domänen vordringen. Hier gelang z. B. der Nachweis der Abhängigkeit der Domänenwanddicke von der Dicke der unmagnetischen Schichten in Multischichtsystemen mit Riesenmagnetwiderstand (GMR) und damit von der Größe des GMR-Effektes. *In-situ* Versuche zur mechanischen Belastung von Werkstoffen wurden weiterhin hauptsächlich im TEM und SEM durchgeführt, im Letzteren hauptsächlich zum Versagen von Verbundwerkstoffen. Eine Neuigkeit sind Experimente zum mechanischen Kontakt z. B. zwischen einer Goldprobe und einer Goldspitze unter atomaren Auflösungsbedingungen im TEM, wobei die Umlagerung einzelner Atomreihen beobachtet wurde.

In der Arbeitsgruppe des Autors werden *In-situ* Versuche zur plastischen Verformung sehr unterschiedlicher Werkstoffe besonders bei hohen Temperaturen durchgeführt, von denen einige in [1] beschrieben werden. Aus dem breiten Spektrum kerami-

scher, metallischer und quasikristalliner Materialien wurde ein übergreifendes Thema, die Bildung neuer Versetzungen während der plastischen Verformung, vorgestellt. Die Versetzungen sind linienhafte Gitterfehler, die durch ihre Bewegung eine dauerhafte Verformung der Werkstoffe hervorrufen. Im Zuge der Verformung steigt ihre Dichte meist stark an. Zusätzliche Versetzungslänge entsteht gewöhnlich dadurch, dass eine Versetzung bei ihrer Bewegung aus unterschiedlichen Gründen an bestimmten Punkten festgehalten wird. Das an diese Verankerungspunkte angrenzende Segment kann sich dann unter Spannung ausbauchen, was zu einer Vergrößerung der Versetzungslänge führt. Die für die einzelnen Materialien spezifischen Bildungsmechanismen beeinflussen auf mesoskopischem Niveau die Homogenität der Verformung. Abbildung 1 zeigt Ausschnitte aus einer Videoaufzeichnung der Bildung eines neuen Versetzungsrings während der Verformung einer Ti-6at%Al-Probe im HVEM. Die Versetzungen werden im Hellfeld-Beugungskontrast als dunkle Linien abgebildet. In Abbildung 1a hat sich an der Versetzung 1 an einer Verankerungsstelle J ein kleiner Versetzungsdipol gebildet (waagerechter dunkler Kontrast), der sich in Abbildung 1b von der Versetzung abgelöst und zu einer neuen Schleife L vergrößert hat.

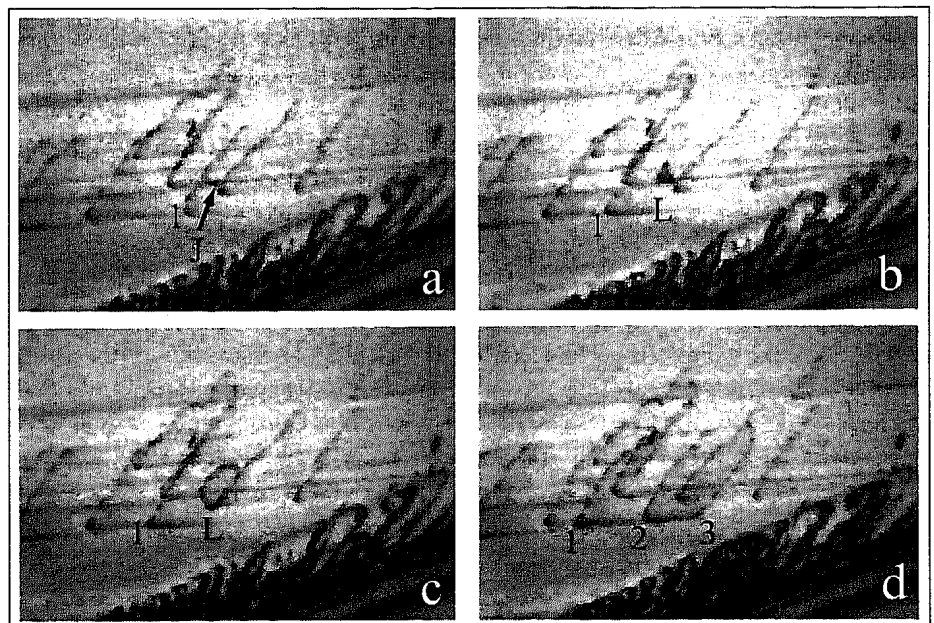


Abb. 1: Ausschnitte aus einer Videoaufzeichnung der Versetzungsmultiplikation während der Verformung einer Ti-6at%Al-Probe im HVEM bei Raumtemperatur. Autoren: M. Bartsch, M. Mills, N. Thirumalai, U. Messerschmidt.

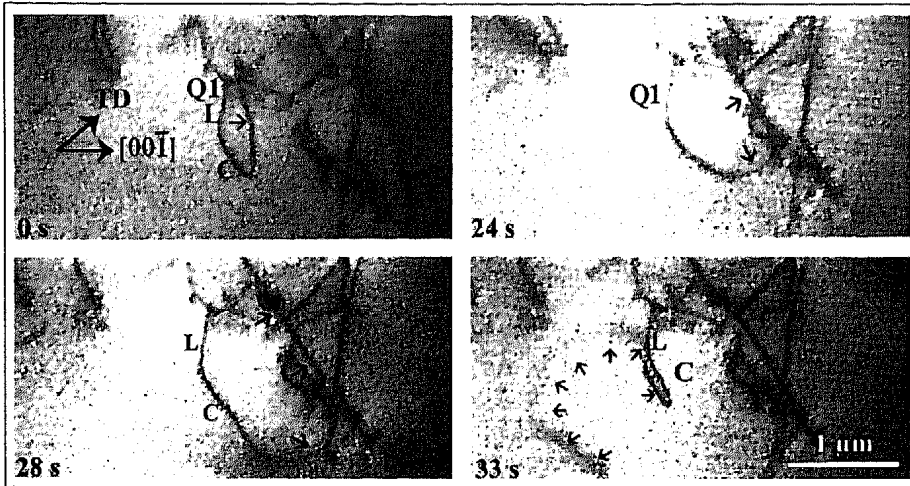


Abb. 2: Videosequenz der Versetzungsbildung während der Verformung eines MoSi_2 -Einkristalls im HVEM bei 1000 °C . Die sich bewegenden Segmente sind durch Pfeile gekennzeichnet. Autoren: S. Guder, M. Bartsch, U. Messerschmidt.

Diese hat sich in Abbildung 1c zu einem Ring L ausgeweitet. In Abbildung 1d ist das obere und untere Ende des Ringes durch die Probenoberfläche durchgestoßen, sodass die zwei Seitenlinien 2 und 3, die sich in entgegengesetzter Richtung bewegen, als neue Versetzungen entstanden sind. Ähnliche Vorgänge können während der Versetzungsbewegung an unterschiedlichen Stellen der Probe auftreten. Dies führt zu einer homogenen Verformung. Im Gegensatz dazu zeigt Abbildung 2 eine lokalisierte Quelle Q1 während der Verformung eines MoSi_2 -Einkristalls, die eine größere Zahl von Versetzungen in eine einzelne Gleitebene einspeist. Dies führt zu einer stark lokalisierten Verformung. Die Versetzungsschleife wird an ihrem unteren Ende durch ein unbewegliches Segment C blockiert. Das mit einem Pfeil gekennzeichnete Segment bewegt sich nach rechts. Weitere Stadien sind nach 24 und 28 s gezeigt. Das untere Ende tritt zwischen 28 und 33 s wiederum aus der Probe aus. Bei 33 s bewegt sich bereits eine isolierte Versetzung nach rechts, die linke hängt noch als weiter Bogen an der Quelle. Tritt deren oberer Teil ebenfalls aus der Probe aus, so bewegt sich auch eine Versetzung nach rechts, und die ursprüngliche Konfiguration der Quelle ist wiederhergestellt, sodass der Vorgang von Neuem ablaufen kann. Unterschiedliche Versetzungsbildungsmechanismen wurden in allen untersuchten Werkstoffen beobachtet. Damit konnten auch erstmals Aussagen zur Versetzungsbil-

dung während der plastischen Verformung von Quasikristallen gewonnen werden.

Mit den aufgeführten Beispielen wurde versucht zu zeigen, welche Ergebnisse mit *In-situ* Versuchen erhalten werden können:

- Die Versuche vermitteln ein anschauliches Bild der beobachteten Vorgänge.
- Sie können Zustände zeigen, die ohne die spezielle Probenumgebung bzw. -belastung nicht stabil sind, z. B. Versetzungen unter mechanischer Spannung der Probe.

- Sie zeigen oft, dass die Vorgänge anders ablaufen, als dies aus indirekten Beobachtungen gefolgert wurde.

In-situ Experimente ersetzen jedoch nicht andere Experimente und Messungen, z. B. wegen möglicher Artefakte. Oftmals ist es auch schwierig, aus den bildhaften Ergebnissen quantitative Daten zu erschließen. Dies ist sicher eine Richtung zukünftiger Vertiefung. Die Möglichkeiten der *In-situ* Experimente im Elektronenmikroskop sind bisher bei weitem noch nicht ausgeschöpft. Zukünftige Entwicklungen können in der Ausnutzung von Kombinationen mehrerer Probeneinflüsse in einem Experiment, in der Erweiterung zu extremen Bedingungen, z. B. zu sehr hohen Temperaturen, und in einer Verbesserung des bei *In-situ* Experimenten meist reduzierten elektronenmikroskopischen Auflösungsvermögens liegen.

- [1] U. Messerschmidt, D. Baither, M. Bartsch, B. Baufeld, B. Geyer, S. Guder, A. Wasilkowska, A. Czyska-Filemonowicz, M. Feuerbacher, K. Urban, *Microsc. And Microanal.* **4**, 226–34 (1998).

Tutorial (T6):

Röntgenmikroskopie

G. Schneider
Institut für Röntgenphysik,
Universität Göttingen,
Geiststraße 11, D-37073 Göttingen

In den vergangenen Jahren konnte mit der Röntgenmikroskopie eine neue mikroskopische Methode zur Untersuchung von biologischen Objekten etabliert werden [1]. Die deutlich kürzeren Wellenlängen der Röntgenstrahlung erlauben eine höhere als

lichtmikroskopische Auflösung. Einige weitere Vorteile der Röntgenmikroskopie gegenüber den konventionellen mikroskopischen Techniken leiten sich aus den besonderen Wechselwirkungen von Röntgenstrahlung mit Materie ab. Die Brechzahl für Röntgenstrahlung liegt nahe bei 1, d. h. auch in dicken inhomogenen Proben finden keine merklichen Streureflexionen an Grenzflächen statt. Zusätzlich ist das Durchdrin-