

# TEM-EDS: Energiedispersive Röntgenspektroskopie elektronentransparenter Proben; Möglichkeiten und Herausforderungen.

Meiken Falke

*Bruker-Nano GmbH, Am Studio 2D, 12489 Berlin, Germany.*

Die quantitative chemische Charakterisierung von Materialkombinationen aus leichten und schwereren Elementen mit energiedispersiver Röntgenanalyse (EDS) und hoher räumlicher Auflösung im Elektronenmikroskop ist eine Herausforderung. Während quantitative Bulkanalyse mit EDS im SEM extensiv entwickelt worden ist, ist die quantitative EDS von Nanostrukturen und in Transmission noch unausgereift. Faktoren, die die korrekte Analyse erschweren, sind z.B. Absorptionseffekte, Strahlungsschäden und Präparationsartefakte.

Inzwischen stehen verschiedene Einzel- und Vielfachkanaldetektorsysteme für die Elektronenmikroskopie zur Verfügung, welche Raumwinkel von bis zu 1,1sr und Abnahmewinkel zwischen 20° und 70° ermöglichen. Während Bruker XFlash® Standarddetektoren mit 0,1sr Raumwinkel die Quantifizierung im atomaren Bereich in wenigen Minuten ermöglichen, gewährleisten Mehrfachkanaldetektionssysteme schnellste Datenerfassung, welche besonders geeignet ist zur Untersuchung großer oder dreidimensionaler Proben und weiterhin zur Vermeidung von Strahlschädigung elektronenstrahlsensitiver Proben. Zusätzlich wird so auch die Analyse sehr rauer Bulkproben im SEM möglich und die Notwendigkeit aufwendiger Präparation verringert. Unser Webinar befasst sich damit, wie die vorhandene Bruker XFlash®-Technologie für die quantitative EDS elektronentransparenter Proben auf der Nanoskala im STEM und SEM genutzt werden kann.

Die Kombination eines relativ kleinen Raumwinkels von 0,1sr des 30mm<sup>2</sup> Bruker XFlash® Detektors mit hohem Elektronenstrahlstrom, hohem Richtstrahlwert und mit Korrektur der sphärischen Aberration erlaubt die Identifikation einzelner Atome in Graphen mit EDS [1]. Die Cliff-Lorimer-Methode, weit verbreitet für die Quantifizierung elektronentransparenter Objekte größer als 1 Atom, kann Genauigkeiten auf dem Niveau von einigen at% liefern. Unter Nutzung wesentlich höherer Raum- und Abnahmewinkel, wie oben für Multikanaldetektoren beschrieben, kann sogar der ppm-Bereich (0,02 at% Rb in einem Orthoclase Mineralstandard [2]) erreicht werden. Die Ergebnisse der Cliff-Lorimer-Methode im at%-Bereich sind leider nur gültig in Relation zu einem geeigneten Standard von vergleichbarer Dicke und Elementzusammensetzung, welcher meist schwer erhältlich ist. Eine Alternative ist die Zeta-Faktormethode [3]. Diese Methode schließt zusätzlich die Information zur Elektronenstrahldosis (Strahlstrom) ein und erlaubt die Nutzung eines oder mehrerer beliebiger Standards mit bekannter Zusammensetzung, Dichte und Dicke. Die Zeta-Faktor-Methode gewährleistet absolute Quantifizierung unter Berücksichtigung von Absorptions- und Fluoreszenzeffekten. Die Implementierung, Weiterentwicklung und Optionen zur Kombination mit anderen komplementären STEM-Analytik-Methoden, wie z. B. Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS) [4] wird diskutiert werden. Um komplexe STEM-EDS-Map-Daten mit atomarer Auflösung korrekt interpretieren zu können, sind Simulationen relevanter Streu- und Strahlungseffekte notwendig [5].

Die EDS elektronentransparenter Proben im SEM (T-SEM) erlaubt die Analyse besonders großer Probenbereiche, z.B. durch Nutzung automatisierter Partikelanalyse, und sie kann mit anderen aufkommenden komplementären SEM-basierten Analysetechniken kombiniert werden: Mikro-XRF erlaubt Spurenanalyse von Elementen mit mittlerer bis hoher Kernladungszahl, mit moderater räumlicher Auflösung und höherer Eindringtiefe als EDS und Transmissions-Kikuchi-Beugung (TKD) gestattet kristallographische Analytik auf der nanometer-Skala [6].

## Referenzen

- [1] Lovejoy T C et al., *Appl. Phys. Lett.* **100** (2012) 154101.
- [2] Gainsforth Z et al., *Microsc. Microanal.* **20** (Suppl. 3) (2014) 1682-1683;

K. Bustillo, *National Center for Electron Microscopy, Lawrence Berkeley Lab, Berkeley, CA 94720* and  
Z. Gainsforth, *Space Sciences Laboratory, University of California Berkeley, 7 Gauss Way, Berkeley, CA, 94720*: *persönl. Mitteilung und data courtesy*(2014).

[3] Watanabe M & Williams D B, *J. of Micr.* **221** (2006) 89-109.

[4] Kothleitner G et al., *Microsc. Microanal.* **20** (2014) 678-686 .

[5] Forbes B D et al., *Phys. Rev. B* **86** (2013) 024108.

[6] Keller R R & Geiss R H, *J. Microscopy* **245** (2012) 245.