

SEM-EDX Leitfaden für Einkäufer und Interessierte

Dr.-Ing. Markus J. Heneka (mjheneka@rjl-microanalytic.de)

Dr. Sebastian Wex (swex@rjl-microanalytic.de)

RJL Micro & Analytic GmbH

Die Lücke zwischen Lichtmikroskopen und traditionell teuren und großen Raster-Elektronenmikroskopen (abgekürzt "SEM" von Englisch "Scanning Electron Microscope") ist längst durch eine neue Generation von SEM-Geräten geschlossen worden. Neueste Systeme sind kleiner, schneller, wirtschaftlicher und darüber hinaus im Tischformat erhältlich. Die benutzerfreundliche Bedienung ermöglicht den Einsatz außerhalb von spezialisierten Forschungslabors.

Der Schlüssel für eine erfolgreiche Implementierung im eigenen Labor ist die Wahl eines Instruments, das optimal an den Bedarf angepasst ist. Unser Leitfaden unterstützt den Käufer bei der Auswahl mit praktischen Ratschlägen und technischen Informationen.

Tabletop, Kompaktgerät oder Großgerät

Tischgeräte (Englisch "Tabletop" oder "Benchtop SEM") sind platzsparend und können leicht in bestehende Räumlichkeiten eingebunden werden. Kompakte Standgeräte benötigen ein separates Bodenareal, bieten dafür einen größeren Probenraum und mehr Möglichkeiten für künftige Erweiterungen.



Abbildung: Tabletop-SEM und kompaktes Standgerät

Die Preisdifferenz zwischen Tabletop-SEM und Kompaktgeräten ist oft nur unwesentlich. Wenn es keine räumlichen Einschränkungen gibt, muss ein Tischgerät nicht automatisch die erste Wahl sein.

Am oberen Ende der Leistungsklasse finden sich die Forschungsgroßgeräte, oft mit Feldemissionsquelle, Ionenstrahl und speziellen spektroskopischen Detektoren ausgestattet. Um solche Geräte adäquat nutzen zu können, wird ein Operator in Vollzeit mit entsprechender Qualifikation benötigt.

Preise, Folgekosten und Erweiterbarkeit

Tabelle 1 gibt einen Überblick der Investitionskosten. Die Folgekosten sind ein oft unterschätzter Faktor, insbesondere im Markt der SEM-Einstiegsmodelle. Aufgrund des starken Wettbewerbs sind die Margen knapp, weshalb Hersteller bekannter Marken ihren Gewinn in Service und Support suchen. Robuste Geräte, die ohne Servicevertrag auskommen, bieten langfristig ein erhebliches Einsparpotential. Ebenso sollte sich der Anwender informieren, ob eine einfache Instandhaltung (z.B. Filamentwechsel) selbstständig durchgeführt werden kann, oder ob ein kostenpflichtiger Serviceeinsatz notwendig ist.

Falls Sie eine spätere Erweiterung der analytischen Möglichkeiten in Betracht ziehen, sollten Sie das bereits bei der Anschaffung berücksichtigen. Viele SEM-Kompaktgeräte und auch einige Tabletop-SEM verfügen über freie Anschlüsse, die es dem Anwender ermöglichen, zusätzliche Module nachträglich zu installieren.

Tabelle 1: Ausstattung und Preise der verschiedenen Modelle

Modell	Ausstattung	Bühne	Vergrößerung	Preis (EUR)
Basic Tabletop SEM	SE oder BE	XY	50 kx	50 Tsd
Full Tabletop SEM-EDX	SE, BE, Low Vac, EDX	XYT	100 kx	100 Tsd
Basic Compact SEM	SE, BE, Low Vac,	XYZRT	250 kx	80 Tsd
Full Compact SEM-EDX	SE, BE, Low Vac, EDX	XYZRT	250 kx	130 Tsd

Vergrößerungsfaktor

Hersteller spezifizieren häufig die Vergrößerung als Qualitätsmerkmal für das Auflösungsvermögen ihrer SEM-Instrumente. Die Vergrößerung ist das Verhältnis der tatsächlichen Größe eines Objektes zu dessen Abbildung. Damit hängt der Zahlenwert von der Größe des Bildschirms ab und ist grundsätzlich nicht eindeutig anzugeben.

Weiterhin sagt die Vergrößerung nichts über die tatsächliche Qualität der Abbildung kleiner Strukturen aus. Ab einem bestimmten Punkt liefert das immer feinere Abtasten mit dem Elektronenstrahl keinen informativen Mehrwert mehr, da aufgrund der beschränkten Auflösung der Elektronenoptik keine zusätzlichen Details visualisiert werden können.

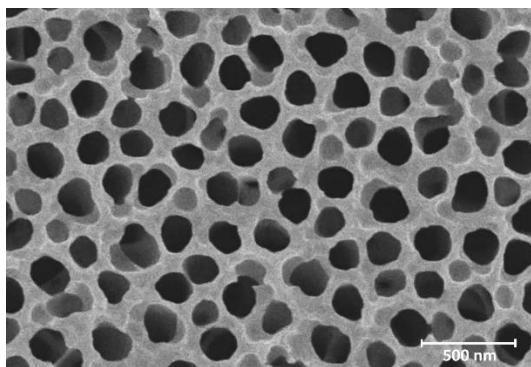


Abbildung: SE-Bild eines Filtermediums (200 nm Poren)

Reales Auflösungsvermögen

Die Auflösung ist ein objektives Maß und bezieht sich auf die Fähigkeit des Mikroskops, feine Strukturen abzubilden. Bei Tabletop-SEM und Kompaktgeräten liegt die beste Auflösung zwischen 3 und 20 Nanometern.

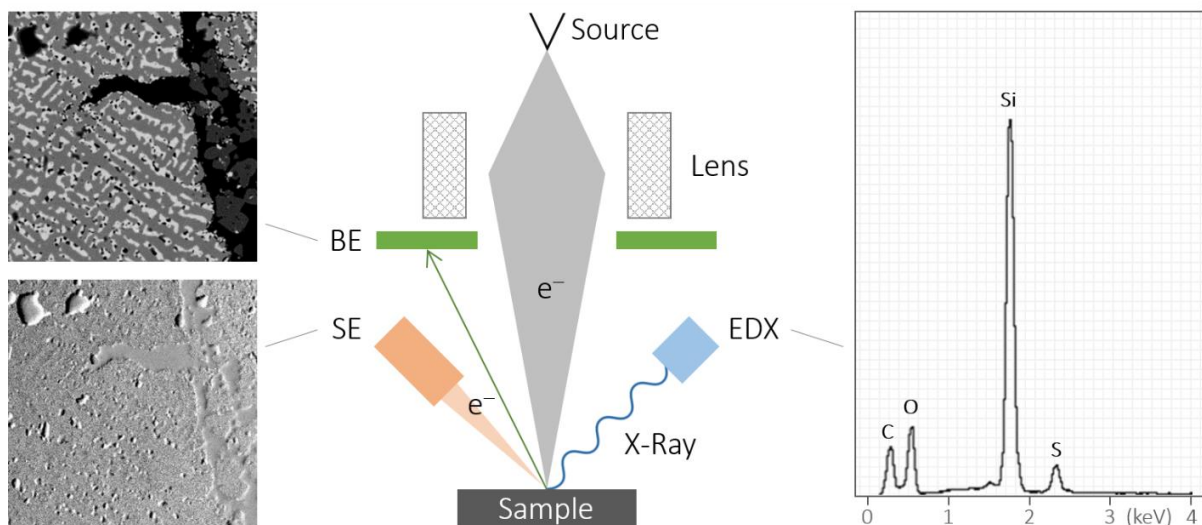


Abbildung: Erzeugung des Primärelektronenstrahls, Interaktion mit der Probe und Anordnung der Detektorsysteme

Die Auflösung wird unter standardisierten, aber praxisfernen Betriebsbedingungen ermittelt. Damit ist für den Käufer ein gewisses Enttäuschungspotential gegeben, da die angegebene Auflösung bei realen Proben kaum zu erreichen ist. Immerhin ist die Auflösung ein eindeutiger Parameter, der dazu geeignet ist, die Abbildungsqualität verschiedener SEM-Instrumente miteinander zu vergleichen.

In der Praxis ist es oft wichtiger, die Auflösung an die konkrete Probe anzupassen. Eine variable Blendengröße (Apertur) hilft dabei, eine optimale Auflösung bei größtmöglichem Strahlstrom zu erreichen. Dies ist unerlässlich für eine zügige und rauscharme Bildgebung sowie für die Röntgen-Elementanalytik.

Sehen heißt Verstehen

Lassen Sie sich das Auflösungsvermögen bei einer Vorführung demonstrieren - am besten mit Ihren Proben. Durch den direkten Vergleich erhalten Sie ein gutes Gefühl dafür, welche Qualität in der Praxis erreichbar ist.

Standard-Detektortypen

Im Betrieb des SEM wird der Elektronenstrahl punktwise über die Probe gerastert. Die zurückgestreuten Elektronen werden in den bildgebenden Detektoren gezählt. Gleichzeitig regt der Elektronenstrahl die Probe zur Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung an. Durch die Analyse des Röntgenspektrums können die Elemente in der Probe bestimmt werden. Drei Detektorsysteme gelten als Standard für SEM-Geräte:

- Rückgestreute Elektronen (BE) → Material-Kontrast
- Sekundäre Elektronen (SE) → Topographie-Kontrast
- Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

Rückstreu- und Sekundärelektronen (BE/SE)

Für die Bildgebung haben sich Rückstreu- und Sekundärelektronen-Detektoren durchgesetzt. Die Rückstreu- (BE) zeigen den Element- bzw. Materialkontrast der Probe. Je schwerer ein Element ist, desto heller erscheint der Bereich im BE-Bild. Die Sekundärelektronen (SE) stammen aus der Oberfläche und bilden die Topographie der Probe ab.

Beachten Sie, dass das SEM-Gerät Ihrer Wahl sowohl BE- als auch SE-Detektorsysteme integrieren kann. Der Informationsgehalt ist komplementär und bei der praktischen Arbeit ist die Betrachtung beider Modalitäten unerlässlich.

Röntgen-Elementanalyse (EDX)

Die Elementanalytik mittels Röntgenspektroskopie (EDX) ist bei allen SEM-Geräten optional verfügbar. Einige Hersteller offerieren ihre eigene Hardware und Software, andere Hersteller integrieren EDX-Systeme von spezialisierten Drittanbietern. Deren Software ist viel weiter entwickelt, bietet einen maximalen Funktionsumfang inklusive quantitative Analyse und ist retrospektiv erweiterbar. Bei Bedarf können zusätzliche Software-Module (z.B. für automatische Partikelanalyse) freigeschaltet werden.

Hier ist zu überprüfen, ob die vereinfachten Funktionen von SEM-Herstellern, die ihre eigenen EDX-Lösungen anbieten, nicht Ihre zukünftigen Möglichkeiten der Erweiterung beeinträchtigen.

Transmissionselektronen (STEM)

Seit kurzem ist die Raster-Transmissionselektronenmikroskopie (STEM) nicht mehr nur den großen Forschungsgeräten vorbehalten. Einige Tabletop-SEM und Kompaktgeräte bieten mit STEM-Detektoren die Möglichkeit, Dünnschnitte auf standardisierten TEM-Gittern abzubilden. Insbesondere für organische Präparate und Gewebeschnitte ist diese neuartige Option interessant, da eine Energie von 30 kV bereits ausreicht, um solche Dünnschnitte zu durchstrahlen.

Wolfram- und CeB6-Filamente

Neben der klassischen Wolfram-Technologie gibt es für Tisch- und kompakte Laborstandgeräte auch die Strahlerzeugung durch CeB6-Filamente. Fast alle großen SEM-Hersteller verwenden Wolfram-Kathoden, welche infolgedessen nicht nur weit verbreitet, sondern auch sehr ausgereift sind. Die Filamente sind günstig und können mit wenigen einfachen Handgriffen durch den Anwender selbst getauscht werden.

CeB6-Filamente bieten eine längere Lebensdauer und höhere Strahlintensität, was bei einer Bildgebung mit niedriger Spannung ein Vorteil sein kann. Allerdings sind die Filamente wesentlich teurer und in der Regel nicht durch den Anwender zu tauschen, was erhebliche Wartungskosten mit sich bringt.



Abbildung: Wolfram-Filament

Hohe Spannungen bis 30 kV

Um die charakteristischen Röntgenstrahlen eines Elements anzuregen, ist die 2- bis 3-fache Elektronenenergie der betreffenden Linie nötig. Beispielsweise wird für Anregung der $K\alpha$ -Linie von Zink bei 8,6 keV eine Beschleunigungsspannung von 20-25 kV benötigt. Für die Röntgenelementanalyse mittels EDX ist daher eine möglichst hohe Spannung im Idealfall bis 30 kV ein klarer Vorteil.

Die Mehrzahl der SEM-Kompaktgeräte ist auf eine maximale Beschleunigungsspannung von 15 kV beschränkt, wodurch der Anwender gezwungen ist, sich auf die spektralen Peaks bei Energien von weniger als 5 keV zu beschränken, wo es häufig zur Überlagerung von Elementen kommt. Achten Sie bei der Auswahl eines geeigneten Systems daher auf eine möglichst hohe Spannung, um die EDX-Analytik optimal betreiben zu können

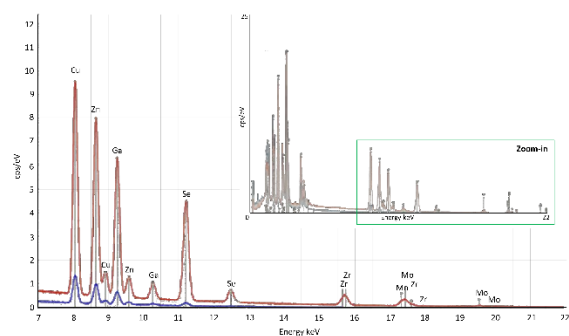


Abbildung: EDX-Spektren gemessen auf Oberfläche einer Solarzelle bei 15 kV (blau) und 30 kV (rot)

Niedrige Spannungen unter 10 kV

Bei empfindlichen Proben ist die Einstellung der Beschleunigungsspannung unter 10 kV ein essentieller Parameter, da die Probe bei hohen Energien zerstört wird. Weiterhin können feine Strukturen bei zu hoher Beschleunigungsspannung überstrahlt und dadurch unsichtbar werden.

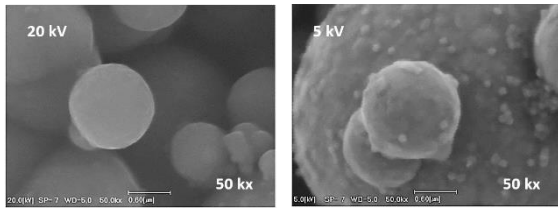


Abbildung: Oberflächenstrukturen bei hohen und niedrigen Beschleunigungsspannungen

Achten Sie bei der Wahl eines SEM-Gerätes darauf, wie flexibel sich die Hochspannung einstellen lässt. Einige Tischgeräte bieten Einstellmöglichkeiten in 1 kV-Schritten, andere bieten nur voreingestellte Niveaus für 5 kV, 10 kV und 15 kV bieten.

Nutzerfreundlichkeit

Die grafische Benutzeroberfläche zur Steuerung des SEM muss intuitiv und einfach sein, aber gleichzeitig Zugriff auf fortgeschrittene Parameter erlauben (z.B. Aperturen, Bias, Strahlstrom). Aufgenommene Bilder direkt mit Messungen und Kommentaren zu versehen kann hilfreich sein, ebenso die simultane Darstellung von BE- und SE-Bildern.

Komfort und Optionen

Gerade im Bereich der Tabletop-SEM und Kompaktgeräte unterscheiden sich angebotenen Komfortfunktionen und Optionen der einzelnen Hersteller teilweise sehr deutlich. Nachfolgende Checkliste sollten Sie beachten:

1. **Digitale Makrokamera** zur Aufnahme eines digitalen Fotos unterstützt eine einfache Navigation auf dem Präparat

2. **Panorama-Funktion** zur hochauflösenden Abbildung großer Probenbereiche durch automatische Mosaik-Raster

3. **Motorisierung** der Achsen (XYZRT), insbesondere eine Kippung der Probe kann interessant sein, wenn Ihre Probe topographische Strukturen zeigt

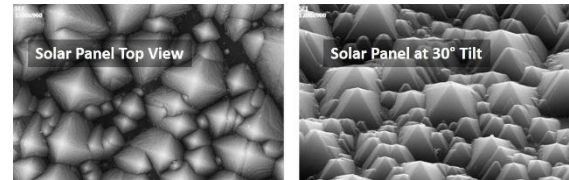


Abbildung: Durch Kippen der Probe wird die räumliche Topographie klar erkennbar

4. **Niedervakuum-Modus**, um nicht-leitfähige Proben direkt und ohne Sputtern zu mikroskopieren

5. Einfache **Sputtergeräte** zur leitfähigen Beschichtung, um isolierende Präparate in hoher Auflösung zur mikroskopieren

6. **STEM-Detektor**, um organische Dünnschnitte im Transmissionsbild untersuchen zu können

7. Spezielle Probenbühne mit **Peltier-Kühlung**, um vakuuminstabile Proben zu mikroskopieren (z.B. biologische Präparate, Polymere-Schäume)

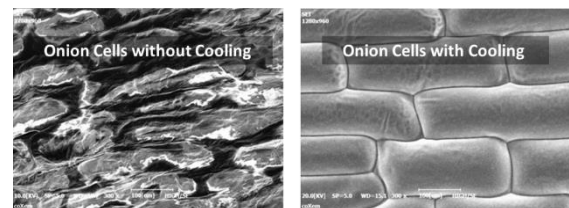


Abbildung: Zwiebelzellen mit und ohne Cooling-Stage

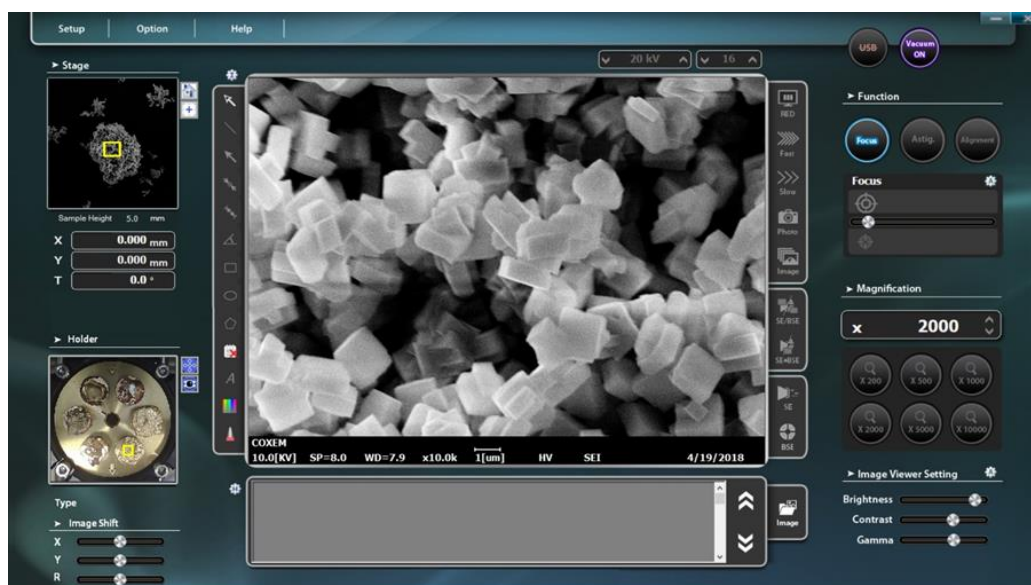


Abbildung: Intuitive Bedienung ist ein Muss für zeitgemäße SEM-EDX Geräte