

## Transmissionselektronenmikroskopie

*Reiner Ramlau und Paul Simon*

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) vereint die Möglichkeit der Abbildung mit höchster lateraler Auflösung mit der Möglichkeit zur chemischen Analyse kleinster Bereiche. Für viele der uns interessierenden kristallinen und quasikristallinen Materialien ist es möglich, eine sogenannte Strukturabbildung zu realisieren. Angesichts der enormen Komplexität dieser Materialien lassen sich jedoch nicht immer alle beteiligten Atome einzeln auflösen. Die hochauflösende TEM (HRTEM) zielt überwiegend auf die atomare Struktur von Kristalldefekten in intermetallischen Phasen bzw. Verbindungen, quasikristallinen Materialien sowie in anderen komplexen anorganischen Verbindungen. In speziellen Fällen rückt aber die Idealstruktur von kristallinen Materialien in den Mittelpunkt des Interesses. Immer dann, wenn röntgenographische Methoden aus verschiedenen Gründen nicht geeignet sind, stellt die – allerdings sehr aufwändige – vollständige Strukturaufklärung mit Mitteln der HRTEM und der Elektronenbeugung eine vielversprechende Alternative dar. Analytische Untersuchungen gelten der chemischen Natur von Defektstrukturen, wie chemischen Verwachsungen, Zwillingsgrenzen und Antiphasengrenzen, in den genannten Materialien sowie von Apatit-Kollagen-Nanokompositen, welche durch Verfahren der Biomineralisation erzeugt wurden.

Zur Durchführung dieser Untersuchungen erfolgte die Installation eines 300-kV-Transmissionselektronenmikroskops mit Feldemissionskathode, dessen Punktauflösung 0,20 nm und dessen Informationsgrenze 0,12 nm beträgt. Die Testphase wurde im Sommer 2002 erfolgreich abgeschlossen, und das Mikroskop konnte vom Hersteller übernommen werden. Bei der Laborplanung wurde den Umgebungsbedingungen besondere Aufmerksamkeit gewidmet, so dass die hervorragenden

Eigenschaften des Mikroskops ungemindert zur Geltung kommen können.

Für analytische Zwecke ist das Mikroskop, das auch als Raster-TEM (STEM) betrieben werden kann, mit einem abbildenden Energiefilter (“post column”), einem System zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie und einem HAADF-Detektor (“**h**igh-**a**ngle **a**nnular **d**ark **f**ield”) ausgestattet. Alle Methoden der chemischen Mikrobereichsanalyse, welche auf Elektronen-Energieverlust-Spektroskopie oder energiegefilterter TEM (EFTEM) beruhen, können auf hohem Niveau realisiert werden. Zur Aufzeichnung der Energieverlust-Spektren bzw. der EFTEM-Abbildungen dient eine CCD-Kamera, die hinter dem abbildenden Energiefilter angeordnet ist. Eine zweite, rückziehbare CCD-Kamera befindet sich direkt unterhalb der Projektionskammer, so dass alle HRTEM-Untersuchungen völlig unabhängig vom Betriebszustand des Energiefilters ausgeführt werden können. Der HAADF-Detektor wird zur sogenannten *z*-Kontrast-Abbildung im STEM-Modus genutzt, wobei “*z*” die Ordnungszahl eines chemischen Elements im Periodensystem bedeutet (Abb. 1). Unter günstigen Umständen erlaubt die *z*-Kontrast-Abbildung Rückschlüsse auf die chemische Natur einzelner abgebildeter Atome.

In Zusammenarbeit mit der TU Dresden werden Apatit-Kollagen-Nanokomposite mittels Elektronenholographie untersucht. Im Unterschied zur klassischen TEM ist es mit der Elektronenholographie möglich, Amplitude und Phase der Elektronenwelle zu separieren. Struktur und Morphologie der organische Komponente, die in sehr guter Näherung als schwaches Phasenobjekt betrachtet wird, können so ohne jede Kontrastierung aufgeklärt werden.

## Transmission Electron Microscopy

Reiner Ramlau and Paul Simon

Transmission electron microscopy (TEM) combines the option to image with highest lateral resolution and the option to carry out chemical analysis of smallest regions. For many of the crystalline and quasicrystalline materials we are interested in, it is possible to realize so-called structure images. However, it is not always possible to resolve every single atom because of the enormous complexity of these materials. High-resolution TEM (HRTEM) is mainly focused on the atomic structure of crystal defects in intermetallic phases and compounds, resp., quasicrystalline materials and other complex inorganic compounds. In special cases the ideal structure of crystalline materials is at the center of interest. Whenever X-ray methods are not appropriate, the complete structure solution by means of HRTEM and electron diffraction is a promising – but admittedly very time consuming – alternative. Analytical investigations aim at the chemical nature of defect structures (like chemical intergrowths, twin boundaries and anti-phase bound-

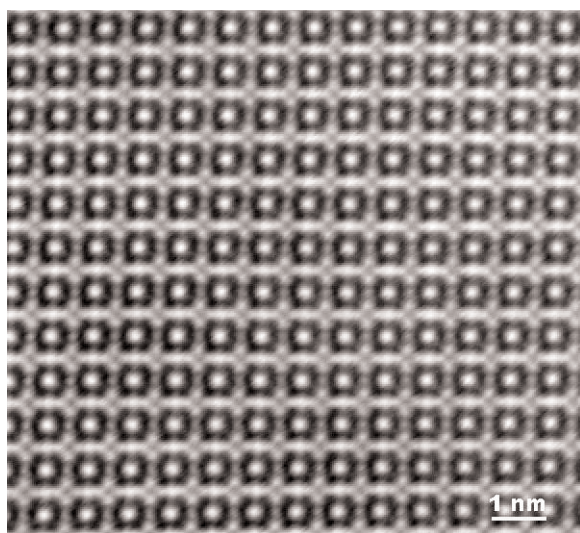


Fig. 1: Structure of the intermetallic phase  $RhAl_{2.63}$  in  $[100]$  crystal orientation imaged in STEM mode by means of a HAADF detector. The rhodium atoms appear as white dots.

Abb. 1: Struktur der intermetallischen Phase  $RhAl_{2.63}$  in  $[100]$ -Kristallorientierung – im STEM-Modus abgebildet mit einem HAADF-Detektor. Die Rhodiumatome erscheinen als weiße Punkte.

aries) in the mentioned materials. Additionally, nano-composites of apatite and collagen, which are prepared via biomineralization, are objects of microanalysis.

In order to perform these investigations a 300-kV transmission electron microscope with field emission gun has been installed, whose point resolution and information limit are 0.20 nm and 0.12 nm, respectively. Extensive tests were finished in the summer of 2002 and the microscope could be accepted from the manufacturer. In planning the laboratory, extreme care was taken over the ambient conditions. Therefore, the outstanding characteristics of the microscope can become effective without any diminution.

The microscope can also be operated as a scanning TEM (STEM). For analytical purposes it is equipped with an imaging energy filter (post-column), a system for energy-dispersive x-ray spectroscopy, and a high-angle annular dark-field (HAADF) detector. All the methods based on electron energy-loss spectroscopy or energy-filtered TEM (EFTEM) can be applied on a rather high level. To record energy-loss spectra and EFTEM images a CCD camera is mounted at the end of the imaging filter. Another, retractable camera is arranged directly underneath the projection chamber. Thus, HRTEM investigations can be performed independently of the operating state of the filter. The HAADF detector is applied for the so-called  $z$ -contrast imaging in STEM operating mode, with “ $z$ ” being the atomic number of an element (Fig. 1). Under favorable circumstances,  $z$ -contrast imaging yields information about the chemical nature of individually resolved atoms.

In cooperation with the Technical University of Dresden the apatite-collagen nano-composites are investigated by electron holography. In contrast to classical TEM, electron holography is able to separate amplitude and phase of the electron wave. Therefore, structure and morphology of the organic component, which is (in a very good approximation) regarded as a weak phase object, can be revealed without any staining.