

Leitz Kontrastiereinrichtung

Anleitung

Ernst Leitz Wetzlar GmbH



INHALTSVERZEICHNIS

Seite

1.	Vorbemerkung	2
2.	LEITZ-Gasentladungseinrichtung - Ausrüstungen -	3
3.	Montage der Einrichtung	4
4.	Inbetriebnahme	5
	Beschichtungsbeispiele	8
	Weitere Hinweise	9
5.	Zusatzeinrichtung für Elektronenlumineszenz	10

1. Vorbemerkung

Die LEITZ-Kontrastiereinrichtung dient zum Beschichten von Objekten unter mikroskopischer Kontrolle. Im Gegensatz zur Aufdampftechnik im Hochvakuum erfolgt die Beschichtung innerhalb einer elektrischen Gasentladung bei mittlerem Vakuum (Feinvakuum). Außerdem ist mit einer Zusatzausrüstung die Anregung von Elektronenlumineszenz (auch "elektroneninduzierte" Lumineszenz oder Kathodolumineszenz genannt) möglich.

Die Art der Beschichtung hängt im wesentlichen ab:

- a) vom Kathodenmaterial (Kathoden leicht auswechselbar) und
- b) von der Gaszusammensetzung.

Man kann unterscheiden zwischen:

1. Kathodenzerstäubungsschichten (Sputterschichten) unter Verwendung einer geeigneten Kathode.
2. Kontaminationsschichten (Adsorption und Polymerisation von Dämpfen, insbesondere von Kohlenwasserstoffen, z.B. Azetylen.)
3. Anlaufschichten (Chemische Reaktion zwischen Objekt und Gas bei geeigneten Kombinationen insbesondere erhöhter Objekttemperatur.)

Kontaminationsschichten und Anlaufschichten lassen sich ungestört nur beobachten, wenn der Sputtereffekt unterdrückt wird. (Spezialkathode mit kleiner Zerstäubungsrate erforderlich.)

Als das am häufigsten angewandte Verfahren hat sich die Kathodenzerstäubung erwiesen, da es am vielseitigsten ist. Mit Hilfe eines reaktionsfähigen Gases können auch dielektrische (interferenzfähige) Schichten hergestellt werden (reaktive Kathodenzerstäubung).

Die am häufigsten angewandten Beschichtungen sind in der

A. Auflichtmikroskopie:

- I.) Interferenzfähige Schichten: auf Anschliffen zur Kontraststeigerung (Interferenzschichten-Mikroskopie).
- II.) Schichten mit hohem Reflexionsvermögen: auf schwach reflektierenden Materialien beliebiger Gestalt.
- III.) Lichtundurchlässige Schichten: auf lichtdurchlässigen Objekten zur Vermeidung von Streulicht.

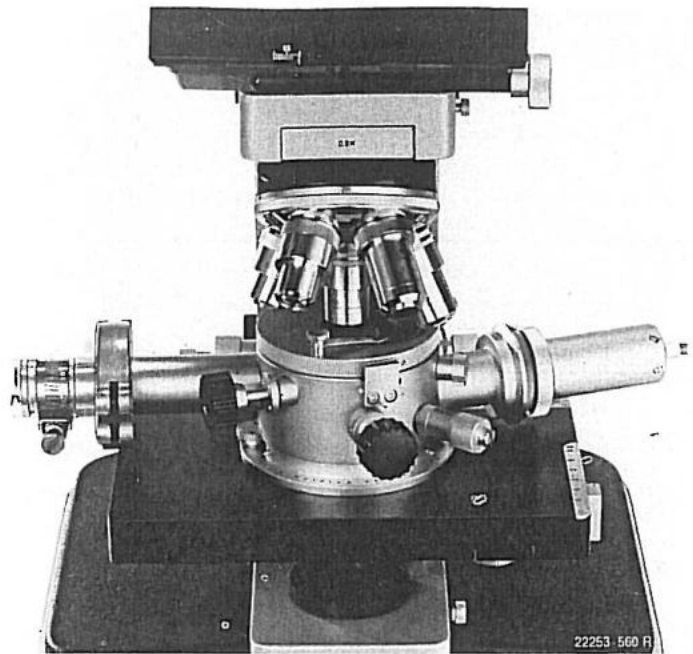


Abb. 1 LEITZ-Kontrastiereinrichtung am Mikroskop METALLOPLAN

B. Raster-Elektronenmikroskopie: REM

Elektrisch leitfähige, dünne Schichten: auf beliebig geformten nichtleitenden Objekten.

In der Auflichtmikroskopie werden leitfähige (stark absorbierende) Schichten für die kontrastreiche Darstellung von Oberflächenreliefs verwandt (Metallbeschichtung). Hierzu gehören auch Abdruckfolien aus Kunststoff (Strukturabdrücke). Interferenzfähige Schichten hingegen gestatten die Kontrastierung der chemisch unterschiedlichen Objektbestandteile (Phasen). Die physikalischen Grundlagen der Interferenzschichten-Mikroskopie sind bekannt und können der Fachliteratur entnommen werden.

Der besondere Vorteil der Kontrastiereinrichtung liegt vor allem in der mikroskopischen Beobachtungsmöglichkeit. Kontrastiervorgänge können in allen Einzelheiten an einer bestimmten Objektstelle beobachtet und auch fotografisch in Form einer Bildreihe festgehalten werden. Dies ermöglicht dem Benutzer für ein vorgegebenes Objekt neue Rezepte auszuarbeiten.

2. LEITZ-Gasentladungseinrichtung – Ausrüstungen –	Bestell-Nr.	Kontrastieren Ausrüstung 1	Metall- beschichten Ausrüstung 2	Elektronen- lumineszenz Ausrüstung 3
Zentrierbare Vakuumkammer	563 302	●	●	●
Kammerdeckel mit Glasfenster	563 303	●	●	
Kammerdeckel mit Quarzglasfenster	563 266			●
Elektronenkanone (2 kV Anschlußkabel)	563 305	●	●	
Elektronenkanone (15 kV Anschlußkabel)	563 295			●
Nadelventil für Gaszufuhr	563 265	●	●	●
Zwei Objekthalter mit je vier verschiedenen Schraubdeckeln (freie Öffnung: 7, 12, 18 u. 22 mm Durchmesser) siehe Abb. 4.1 Seite 5	563 284 563 284	●		●
Ein vakuumgesteuerter Sicherheitsschalter unterbricht beim Belüften der Vakuumkammer die Hochspannung	563 325	●	●	●
Ein Satz Dichtungsringe, Erdungskabel, Hochvakuumfett, Spezialwerkzeug, Reduzierstück für Gasanschlußschlauch von 7,5 mm auf 2,5 mm	in 563 302 enthalten	●	●	●
Steckhülse	563 290		●	
Vakuumschlußschlauch	563 286	●	●	●
Zubehör				
Ebene-Eisenkathode 8,5 mm Durchmesser	563 289	●		
Ebene-Eisenkathode 13,5 mm Durchmesser	563 310	●		
Ebene-Goldkathode 8,5 mm Durchmesser	563 288		●	
Ebene-Goldkathode 13,5 mm Durchmesser	563 309		●	
Hohlkathode	563 308			●
Kippbarer Halter für REM*-Probenträger	563 311		●	
Spezialhalter für drei REM-Probenträger	563 312		●	
Halter zur Aufnahme von Objektträgern bis 2 mm Dicke, 26 mm Breite und 40 mm Länge (für biologische Präparate)	563 313		●	
Empfohlen wird eine zweistufige Feinvakuumpumpe mit einem Saugvermögen von ca. 3 m ³ /h und einem Endpartialdruck von ca. 2 · 10 ⁻⁴ mbar		●	●	●
Hochspannungs-Versorgungsgerät 1,8 kV	500 221	●	●	
Hochspannungs-Versorgungsgerät 15 kV	563 233			●
Optische Ausrüstung				
NPL 5x/0.09	569 049	●	●	●
NPL 10x/0.18	569 143	●	●	●
PL 8x/0.18	569 008	●	●	●
H 20x/0.40	569 107	●	●	●
H 32x/0.60	569 109	●	●	●
evtl. vorhandene Durchlicht-Objektive				
PL 2,5/0.08	519 049			●
4/0.12	519 292			●
10/0.25	519 293			●

* Raster-Elektronen-Mikroskop

3. Montage der Einrichtung

Zunächst wird der Kammerträger (3, 12)* mit den beiden Rändelschrauben (3, 13) auf dem Mikroskopisch befestigt. Falls die mitgelieferten M 4 mm Gewindebolzen nicht passen, können sie durch M 3,5 Gewindebolzen ausgetauscht werden (siehe Abb. 2). Der Wechsel der Gewindebolzen erfolgt durch Lösen der beiden Zentrierschrauben (2, 3) und Abnehmen der Vakuumkammer (3, 3). Rändelring (2, 1) festhalten und Gewindebuchse (2, 6) mit beigefügtem Stiftschlüssel herausdrehen, Druckfeder (2, 5) und Gewindebolzen (2, 4) herausnehmen. Die Montage des gewünschten Gewindebolzens erfolgt in umgekehrter Reihenfolge.

Der Kammerträger (3, 12) besitzt eine 3-Punkte-Zentrier-einrichtung, die mit Hilfe von 2 Schrauben (3, 14) und einem Federbolzen eine optimale Zentrierung der Kammer zur optischen Achse des Mikroskops erlaubt.

Einsetzen der Vakuumkammer in den Kammerträger:
Vakuumkammer (3, 3) schräg in den Kammerträger (2, 2) einsetzen, Federbolzen (2, 7) zurückdrücken und gleichzeitig die Kammer niederdrücken, bis sie einrastet. (Herausnehmen entsprechend).

*) 3, 12 bedeutet: Abb. 3, Geräteteil 12.

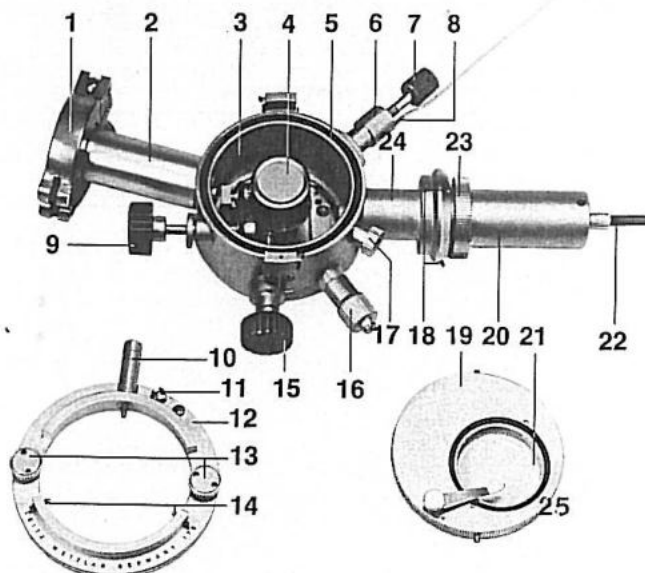
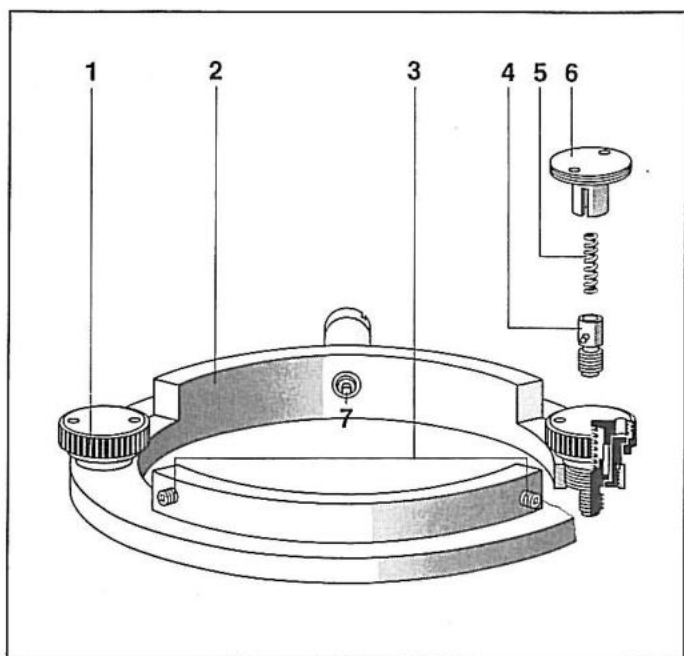


Abb. 3 Einzelteile der Kontrastiereinrichtung

- 1 Kleinflansch
- 2 Abpumpstutzen
- 3 Vakuumkammer
- 4 Objekthalter mit Probe
- 5 Dichtungsring
- 6 Nadelventil
- 7 Drehknopf des Nadelventils 6
- 8 Schlauchanschluß
- 9 Drehknopf zum Drehen des Objekthalters
- 10 Federbolzen
- 11 Erdungsschraube
- 12 Zentrierbarer Kammerträger
- 13 Rändelschrauben zum Befestigen des Kammerträgers
- 14 Schrauben zur Zentrierung der Vakuumkammer
- 15 Drehknopf zum Schwenken des Objekthalters
- 16 Rändelknopf zur linearen Verstellung des Objektes
- 17 Belüftungsschraube
- 18 Drei Schrauben zur Zentrierung der Kanone
- 19 Kammerdeckel
- 20 Elektronenkanone
- 21 Glasfenster
- 22 Anschlußkabel
- 23 Rändelring
- 24 Anschlußstutzen für Elektronenkanone
- 25 Flach-Gummidichtung

Abb. 2 Aufschraubbarer Kammerträger

- 1 Rändelring
- 2 Kammerträger
- 3 Zentrierschrauben für die Vakuumkammer
- 4 Gewindebolzen
- 5 Druckfeder
- 6 Gewindebuchse
- 7 Federbolzen



21870-509 R

Beim Auflegen des Kammerdeckels ist auf die rote Punktmarkierung zu achten, Fixierung des Deckels erfolgt durch Drehen im Uhrzeigersinn bis zum Einrasten. Sie ist zu empfehlen beim Transportieren des Gerätes. Der Deckel für Elektronenlumineszenz-Untersuchungen sollte auf jeden Fall mit dieser Einrichtung fixiert werden. In allen anderen Fällen ist eine Fixierung nicht nötig und der Deckel kann in eine beliebige für den Beobachter günstige Position gebracht werden (Beobachtung der Gasentladung).

Die Dichtungsringe von Deckel und Glasscheibe müssen sauber gehalten werden. Sie werden mit dem mitgelieferten Hochvakuumfett leicht eingefettet. Besonders die Flachgummidichtung (3.25) muß in gleichmäßigen Abständen nachgefettet werden. (Pinzette benutzen, Dichtungsring (3.25) nicht überdehnen).

Die Verbindung zwischen dem Abpumpstutzen und dem Schlauch der Vakuumpumpe erfolgt durch einen genormten Kleinflansch NW 25.

Die Elektronenkanone (3.20) wird in den Anschlußstutzen (3.24) eingesteckt und mit den Schrauben (3.18) zentriert. Anschlußkabel (3.22) der Elektronenkanone an das Hochspannungsgerät anschließen.

Erdungsschraube (3.11) von der Kammer und dem Hochspannungsgerät mit einem Erdungskabel verbinden. Aus Sicherheitsgründen ist außerdem ein vakuumgesteuerter Sicherheitsschalter vorhanden, der ein Einschalten der Hochspannung nur bei evakuierter Kammer erlaubt. Dieser Sicherheitsschalter wird über einen Kleinflansch an der Saugleitung angebracht. Das zugehörige Kabel wird mittels einer speziellen Steckvorrichtung mit dem Hochspannungsgerät verbunden.

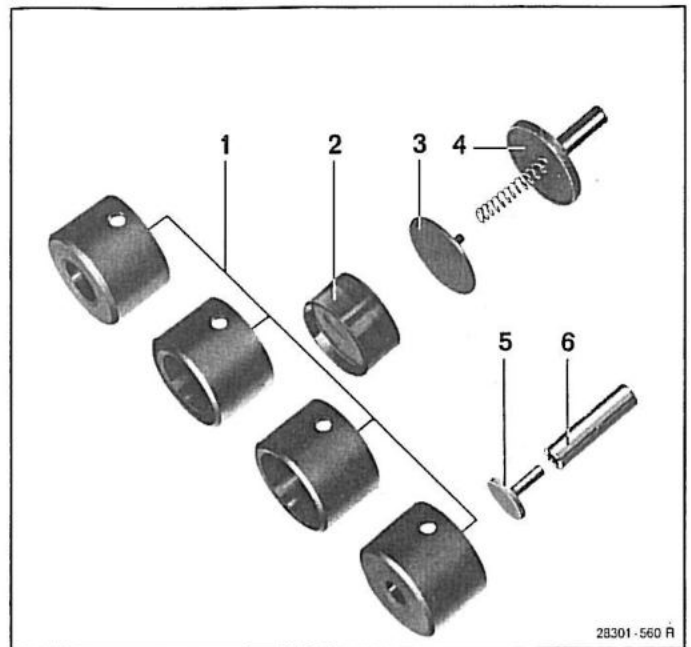


Abb. 4 Objekthalter

- 1 Vier Schraubdeckel
- 2 Probe
- 3 Andruckplatte
- 4 Objekthalter-Unterteil mit Spiralfeder
- 5 REM-Probenteller
- 6 Steckhülse für REM-Probenteller

Die Objekthalter gestatten maximale Probenabmessungen von 1 Zoll (25,4 mm) Durchmesser und 16 mm Höhe. Wesentlich kleinere Proben werden am besten in Kunststoffen eingebettet.

Nach Einlegen der Schliifprobe (4.2) in einen Schraubdeckel, wird die Andruckplatte aufgesetzt und anschließend das Objekthalter-Unterteil mit Spiralfeder bis zum Anschlag aufgeschraubt. Hierdurch wird gewährleistet, daß der Objekthalter ungehindert geschwenkt werden kann.

Zum Goldbeschichten für die Raster-Elektronenmikroskopie wird der Probenhalter (4.5) in die Steckhülse (4.6) eingesetzt. Der Abstand zwischen Kathodenoberfläche und Objektoberkante läßt sich durch Verschieben des Probentellers in der Steckhülse verändern. Der Mindestabstand sollte 8 mm betragen.

4. Inbetriebnahme

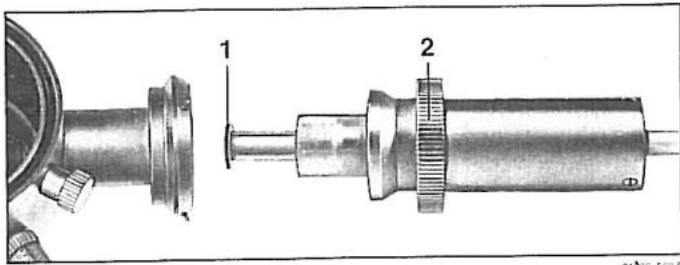


Abb. 5 Kathodenwechsel

- 1 Kathode
- 2 Rändelring

Auswechseln der Probe

Zunächst wird die Kammer mit Hilfe der Belüftungsschraube (3,17) (Drehen des Rändelknopfes entgegen Uhrzeigersinn) belüftet. Anschließend wird der Kammerdeckel abgenommen. Hierzu muß gegebenenfalls der Mikroskopisch abgesenkt werden. Eine bequeme Abnahme des Deckels ist dann gewährleistet, wenn nur 2 Objektiv im Revolver eingeschraubt sind, die beim Wechseln zur Seite geschwenkt werden. Beim Einsetzen des Objekthalters muß dieser gedreht und nach unten gedrückt werden, bis er einrastet. Sofern ein beweglicher Objektisch benutzt wird, zieht man die Kammer zum Wechseln bis zum Anschlag vor.

Arbeitsweise

Vor dem Beschichten eines Objektes wird in den Kathodenhalter die erforderliche Kathode, falls nicht bereits vorhanden, eingeschraubt.

Zum Beispiel für Goldschichten: eine Goldkathode (Bestell-Nr. 563 288 oder 563 309) und für Interferenzschichten (Eisenoxyd): eine Eisenkathode (Bestell-Nr. 563 289 oder 563 310).

Zum Kathodenwechsel bis 8,5 mm \varnothing wird der Rändelring (5,2) an der Kanone abgeschraubt und der Kathodenhalter herausgezogen. Die Kathoden müssen sich leicht auswechseln (M-3-Gewinde). Eine Kathode wird etwa bis zum Anschlag eingeschraubt, damit die Objektschwenkung nicht behindert wird. Ein kleiner Spalt von ca. 0,2 mm, zwischen Isolator und Kathode ist aber nützlich (längerer Isolationsweg und schnelleres Abpumpen des Rohrisolators). Die Normalkathode hat einen Durchmesser von 8,5 mm. Größere Kathoden (max. 20 mm \varnothing) sind ebenfalls ver-

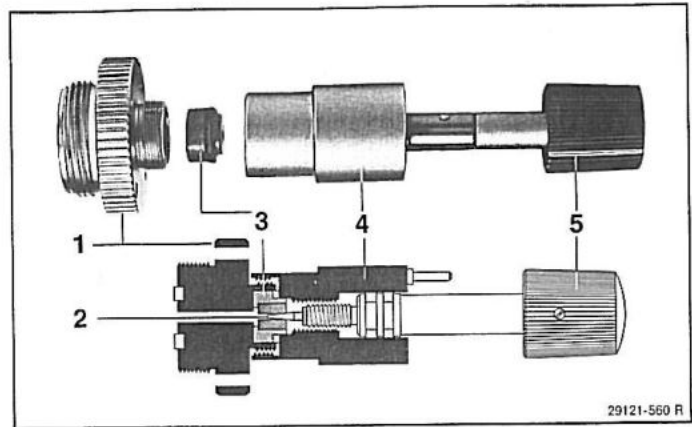


Abb. 6

- | | |
|-----------------------|---|
| 1 Rändelschraube | 4 Gehäuse |
| 2 Nadel | 5 Drehknopf zum Öffnen und Schließen des Nadelventils |
| 3 Dichtung mit O-Ring | |

wendbar, müssen aber mit entsprechend großen Teflonscheiben hinterlegt werden. Dadurch wird ein Zurückschlagen der Entladung vermieden. Größere Kathoden werden nach Herausnahme des Objekthalters und Wegschwenken der Grundplatte in der Kammer direkt ausgewechselt.

Nach dem Wiedereinführen des Kathodenhalters ist auf festen Sitz des Rändelringes (5,2) zu achten, damit der zugehörige O-Ring genügend abdichtet.

Zum Abpumpen wird eine 2-stufige Vorpumpe benötigt:
 Saugvermögen : ca. 3 m³/h
 Endpartialdruck : ca. 2 · 10⁻⁴ m bar

Nach dem Evakuieren wird das Hochspannungsgerät eingeschaltet und auf Maximalwert eingestellt. Anschließend wird das Nadelventil vorsichtig geöffnet (Drehen entgegen Uhrzeigersinn) bis die Entladung zündet (Beobachtung der Gasentladung durch das Fenster).

Vakuumprobe : Die Kammer ist ausreichend vakuumdicht, wenn die Entladung bei maximal eingestellter Spannung nach dem Schließen (Drehen im Uhrzeigersinn) des Nadelventils wieder vollständig erlischt. Der Ausschlag am Milliampereometer geht dabei auf Null zurück. Falls die Entladung auf diese Weise nicht zum Erlöschen gebracht werden kann, ist das Vakuum ungenügend. Sollte dieses der Fall sein, muß zunächst die Ursache (meist Undichtigkeit) ermittelt werden, da sonst keine reproduzierbaren Ergebnisse erwartet werden können.

Eine Undichtigkeit des Nadelventils wird ermittelt, indem man es bei der Vakuumprobe durch den Blindstopfen austauscht. Wenn die Entladung auf diese Weise zum Er-

löschen gebracht werden kann, ist das Nadelventil undicht (Austausch der Dichtung, siehe Zeichnung in Abb. 6).

Instandsetzen eines undichten Nadelventils:

1. Nadelventil mit Rändelring (6.1) von der Vakuumkammer abschrauben.
2. Nadelventil mit Rändelknopf (6.5) weit öffnen (ca. 4 bis 5 Umdrehungen).
3. Gehäuse (6.4) vom Rändelring (6.1) abschrauben und Bleieinsatz (6.3) mit zugehörigem O-Ring herausnehmen.
- 4a. Bohrung im Bleieinsatz (6.3) mit einem Nietwerkzeug stauchen (hierdurch wird der Lochdurchmesser verkleinert und die Dichtung ist wieder einsatzfähig).
- 4b. Bei sehr abgenutzter Dichtung diese durch eine neue ersetzen.

Der Zusammenbau erfolgt entsprechend 1. bis 3. in umgekehrter Reihenfolge.

Um einen vorzeitigen Verschleiß des Nadelventils zu vermeiden, darf es beim Schließen nicht überdreht werden.

Zur zusätzlichen Kontrolle des Vakuums läßt sich am Pumpstutzen ein Vorvakuum-Meßgerät anbringen. In der Regel genügt jedoch die Beurteilung der Dichtigkeit durch Beobachtung des Entladungsstromes bzw. der Leuchterscheinung im Gasentladungsraum.

Beobachtung des Kontrastvorgangs

Die Probe wird durch das Glasfenster (3.21) der evakuierten Kammer betrachtet. Zum Durchmustern der Probe dienen die Drehknöpfe (3.9) (kreisförmige Bewegung) und (3.16) (lineare Bewegung). Zur Kontrastierung wird das Objekt durch Rechtsdrehen des Drehknopfes (3.15) zur Elektronenkanone bis Anschlag hin geschwenkt. Der Entladestrom wird mit dem mA-Meter im Hochspannungsgesetz gemessen und über die Gaszufuhr (Nadelventil) reguliert. Die Hochspannung wird auf einen festen Skalenwert (meist Maximalwert) eingestellt. Bei der Einstellung der optimalen Werte von Spannung und Strom sollte das Objekt ausgeschwenkt sein, um evtl. Objektschäden zu vermeiden.

Zum Beobachten bzw. Fotografieren schwenkt man die Probe in die Ausgangslage zurück. Hierdurch wird die Beschichtung zwar unterbrochen, doch nach erneutem Umschwenken fortgesetzt, bis der optimale Kontrast erreicht ist. Somit ist es möglich, den gesamten Kontrastvorgang an einer bestimmten Objektstelle zu beobachten und in einer Bildreihe festzuhalten.

Zu beachten: Beim Schwenken der Probe (insbesondere bei massiven und schweren Metallproben) darf sie nur vorsichtig angeschlagen werden, damit kein Verrutschen verursacht wird. Dies muß besonders beachtet werden, wenn an ein und derselben Objektstelle der Kontrastvorgang beobachtet werden soll.

Rezepte:

Für die Herstellung von Schichten gibt es Rezepte, die außer den Gas- und Kathodenarten auch die Entladungsbedingungen vorschreiben. Auf die Einhaltung der Strom- und Spannungswerte (Strichmarkierung am Hochspannungsgesetz) ist hierbei besonders zu achten.

Im allgemeinen wird bei der höchsten Spannung (Maximalwert bei Anschlag) beschichtet. Hierbei tritt jedoch abhängig von dem Wärmeleitvermögen eine Objekterwärmung auf. Bei temperaturempfindlichen Objekten wird aus diesem Grunde mit entsprechend reduzierter Spannung gearbeitet. Hierdurch wird die Beschichtungsdauer entsprechend verlängert.

Die erforderliche Gesamtzeit der Beschichtung wird mit der Stoppuhr gemessen. Dazu eignet sich besonders eine Uhr mit Zeitsummierung (Summierung der Einzelzeiten der Beschichtung unterbrochen durch Totzeiten für Beobachtung und fotografische Aufnahme).

Rezepte sind entweder bereits vorhanden (vergl. Tabelle) oder können vom Benutzer durch Ausnutzen der mikroskopischen Beobachtungsmöglichkeit selbst erarbeitet werden. Bei der Erstellung von neuen Rezepten müssen die oben genannten Daten vollständig erfaßt werden. Einige einfache Beschichtungsbeispiele, die sich in der Praxis bereits bewährt haben, sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

TABELLE (Beschichtungsbeispiele) *

Schicht	Kathode *	Gas	Hochspannungs-Teilstriche	Entladungsstrom (mA)	Zeit (Minuten)	Bemerkungen
Goldschicht	Au	Ar	10 (max.)	1,5 mA	ca. 1	
Goldschicht	Au	Ar	8 - 8,5	ca. 0,5 mA	ca. 3	Temperaturempfindliche Objekte
Goldschicht	Au	H ₂	10 (max.)	3 mA	ca. 3	nur für empfindliche biologische Objekte
Silberschicht	Ag	Ar	10 (max.)	ca. 1,5 mA	ca. 1	
Platinschicht	Pt	Ar	10 (max.)	ca. 1,5 mA	ca. 2	
Interferenzschicht Pt-Oxid	Pt	O ₂	10 (max.)	4 mA	ca. 2	
Kupferschicht	Cu	Ar/H ₂	10 (max.)	1,5 mA	7 - 8	Argon - Wasserstoff Gemisch
Interferenzschicht Cu-Oxid	Cu	O ₂	10 (max.)	3 mA	ca. 2	
Interferenzschicht Fe-Oxid	Fe	O ₂	10 (max.)	2-3 mA	5 - 6	
Interferenzschicht Ni-Oxid	Ni	O ₂	10 (max.)	3 mA	5	
Interferenzschicht Pb-Oxid	Pb	O ₂	10 (max.)	2 mA	3	auch Argon verwendbar

*) Andere Kathoden und Beschichtungsbeispiele auf Anforderung.
Für Selbstherstellung von Kathoden (z. B. auch aus anderen Metallen) sind Kathodenträger ("Rohkathoden") mit \varnothing 8,5 mm und \varnothing 13,5 mm lieferbar

Die angegebenen Beschichtungszeiten gelten im Falle von :

- Metallschichten für ca. 150 ÅE Dicke
- Interferenzschichten für die Interferenzfarbe rot (Nullter Ordnung) (Eisenoxydschicht auf Aluminium).

Da die Hochspannungsgeräte etwas unterschiedliche Belastungskennlinien aufweisen, können die Werte etwas abweichen (insbesondere, wenn Fremdfabrikate benutzt werden).

Abweichungen treten auch dann auf, wenn größere Kathoden benutzt werden. Wird z. B. anstelle der Normalkathode von 8,5 mm \varnothing eine 13,5 mm-Kathode verwandt, können die optimalen Entladungsströme um ca. 25% höher liegen. Starke Unterschiede in den Beschichtungszeiten ergeben sich, wenn der Abstand Kathode-Objekt (normal 8 mm) vergrößert wird.

Die in der Tabelle angeführten Beschichtungsbeispiele können nur als Orientierungshilfe dienen. Es wird daher empfohlen, die optimalen Beschichtungszeiten an Hand einer Beschichtungs-Serie für die vorliegende Gerätekombination selbst zu ermitteln.

Reinigungsarbeiten

Nach einer gewissen, meist längeren Betriebszeit sind Reinigungsarbeiten bei folgenden Teilen erforderlich :

- Glasfenster : Niederschläge lassen sich oft mit einem fusselfreien Tuch leicht abwischen. Fest haftende Schichten werden entweder mit verdünnten Säuren (Salpeter-/Salzsäure) entfernt oder im Falle von Polymerisatschichten mit Tonerde abpoliert. Nachreinigung mit Petroläther oder Waschbenzin.
- Objekthalter (insbesondere Schraubdeckel) : Schichten mit Putztuch abwischen oder mit verdünnter Säure entfernen. Nachreinigung mit Petroläther oder Waschbenzin.
- Isolator Verschmutzungen lassen sich meist mit einem trockenem oder feuchtem Tuch abwischen. Bei festhaftenden Niederschlägen mit verdünnter Säure (Salpeter-/Salzsäure) nachhelfen und gegebenenfalls hierzu Isolator heraus-schrauben. Nachreinigung mit Petroläther oder Waschbenzin.

Bei jedem Kathodenwechsel (Kathoden aus unterschiedlichen Werkstoffen) wird empfohlen, den Isolator grob zu reinigen. Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wird hierdurch erhöht.

Niederschläge an den Kammerinnenwänden und sonstigen inneren Bauteilen stören den einwandfreien Betrieb nicht. Erst nach sehr langer Betriebsdauer insbesondere dann, wenn vorhandene Schichten aufbrechen und sich ablösen, sollte eine gründliche Reinigung vorgenommen werden.

Nach Reinigungsarbeiten wird außerdem empfohlen, zunächst ein sogenanntes "Reinigungssputtern" durchzuführen (ca. 1-3 Minuten). Hierzu eignen sich Testobjekte aus metallbeschichtetem Papier oder Kunststoff mit ca. 25 mm Ø, die aus entsprechenden Folien ausgestanzt werden.

Weitere Hinweise

Präparation :

Anschliffe, die mit einer interferenzfähigen Schicht zur Kontraststeigerung belegt werden sollen, müssen sorgfältig poliert und gereinigt sein. Es gelten die von der Interferenzschichten-Mikroskopie her bekannten hohen Anforderungen.

Poröse Anschliffe müssen nach dem Naßpolieren vorge-trocknet werden, da im evakuierten Zustand Flüssigkeit aus den Poren (Spalten) an die Oberfläche dringen und sich ausbreiten kann.

Eingebettete Proben : können ebenfalls beschichtet werden. Gewisse Einbettmassen z.B. Plexiglas geben bei Elektronenstrahlung und Erwärmung Gase und Dämpfe (Weichmacher) ab. Hierdurch können Störungen auftreten, weil die Zusammensetzung des Entladungsgases geändert wird. In vielen Fällen hilft ein Abdecken mit Abdeckmaske oder auch Verwendung eines Objekthalters mit kleiner Öffnung. Bei anderen Einbettmassen wie z.B. Araldit® treten Störungen im allgemeinen nicht auf.

Prüfen der Kathoden :

Bei einwandfreiem Betrieb müssen die Kathoden sauber bleiben und einen matten Glanz zeigen.

Verschmutzungen der Kathode sind aber nicht ausgeschlossen, wenn ungeeignete Betriebsdaten gewählt werden. Weitere Ursachen sind stark gasende oder Dämpfe abgebende Objekte.

Verschmutzte Kathoden haben im allgemeinen eine niedrige Sputterrate, so daß sie sich nicht in jedem Fall wieder "sauber sputtern" können.

Goldkathoden werden mit einer Rasierklinge sauber geschabt, falls ein (meist brauner) Belag sichtbar ist. Kein Schleifpapier verwenden! Eisenkathoden können dagegen mit Schleifpapier gesäubert werden, weil die Schleifkörner nicht in das Metall eindringen und dort stecken bleiben.

Anschließend sind die Kathoden wieder voll betriebsfähig. Es wird empfohlen, zwischen einzelnen Beschichtungen, insbesondere bei Störungen die Kathode auf evtl. Verschmutzung kontrollieren.

Dämpfe in der Vakuumkammer

Es sind nur Hochvakuumfette bzw. Öle zu verwenden. Stoffe, die einen höheren Dampfdruck erzeugen, z.B. Maschinenöl, Wasser, Quecksilber, Plastilin, Immersionsöl etc., sind auf jeden Fall zu vermeiden. Derartige Stoffe können leicht mit dem Objekt bzw. Objektträger in die Kammer verschleppt werden und beeinträchtigen dann die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Mikrophotographie

Bei photographischen Aufnahmen ist zu beachten, daß während der Aufnahme keine Erschütterungen von der laufenden Vorpumpe auf das Mikroskop-Stativ übertragen werden. Es wird empfohlen, während der Aufnahme die Pumpe auszuschalten und vorher die Hochspannung auf Null zurückzustellen.

Auf Wunsch kann auch ein Schwingungsdämpfer geliefert werden, der in die Pumpleitung eingebaut wird. (Bei Kathodolumineszenz ist eine Pumpe erforderlich.)

Farbig kontrastierte Anschliffe lassen sich auch gut in Schwarz-Weiß-Technik photographieren, wenn in den Beleuchtungsstrahlengang ein Interferenzverlauffilter (Schott VERIL S 200) eingesetzt wird. Mit diesem Filter lassen sich Farbkontraste optimal in Schwarz-Weiß-Kontraste umsetzen.

5. Zusatzausrüstung für Elektronenlumineszenz (Kathodolumineszenz)

Die LEITZ-Kontrastiereinrichtung läßt sich mit wenigen Handgriffen zu einer Elektronenlumineszenzeinrichtung umbauen.

Erforderliche Zusatzteile (siehe Abb. 7):

- Deckel für Elektronenlumineszenz mit Quarzglasfenster und Dichtungsring (7, 2).
- Anschlußkabel (15 KV) für Elektronenkanone.
- Hohlkathode.
- 15 KV Hochspannungs-Versorgungsgerät.

Es kann jedoch ein entsprechendes handelsübliches Hochspannungsgerät mit etwa 1 mA Strombelastbarkeit verwendet werden, sofern in der Hochspannungszuleitung ein hochspannungsfester Vorwiderstand von etwa 15 Meg-Ohm eingebaut wird. Auch auf den vakuumgesteuerten Sicherheitsschalter achten! (Empfehlungen und weitere Hinweise auf Anfrage.) Hochspannungsgerät und Kammer durch Erdungskabel verbinden (3, 11).

Falls firmenfremde Geräte mit LEITZ-Instrumenten verbunden werden, ist folgender Hinweis zu beachten:

Soweit eine gefahrlose Kombinierbarkeit mit anderen Geräten nicht ohne weiteres aus den Gerätedaten oder der Anleitung ersichtlich ist, muß der Anwender von Fall zu Fall durch Rückfragen bei den beteiligten Herstellern oder durch Befragen eines verantwortlichen Sachverständigen feststellen, daß die notwendige Sicherheit aller beteiligten Instrumente durch die vorgesehene Kopplung nicht beeinträchtigt wird.

Bei Mißachtung dieses Hinweises können wir für evtl. eintretende Schäden an den LEITZ-Instrumenten keine Haftung übernehmen.

Vor dem Umbau zu einer Elektronenlumineszenzeinrichtung empfiehlt es sich, die Vakuumdichtigkeit der Kammer zu überprüfen. Vakuumprobe: Beim Schließen des Nadelventils muß die Entladung bei (maximal) eingestellter Spannung Erlöschen. Evtl. Vakuum-Meßgerät zu Hilfe nehmen, was in der Regel überflüssig ist.

Nur bei entsprechender Vakuumdichtigkeit ist die Ausbildung eines "gaskonzentrierten Elektronenstrahls" mit Hilfe der Elektronenkanone gewährleistet.

Montage

- Spezialdeckel mit vorjustierter Kanone (3 Zentrierschrauben) aufsetzen und einrasten (rote Punktmarkierung). Dichtungen evtl. mit Hochvakuumfett versehen.

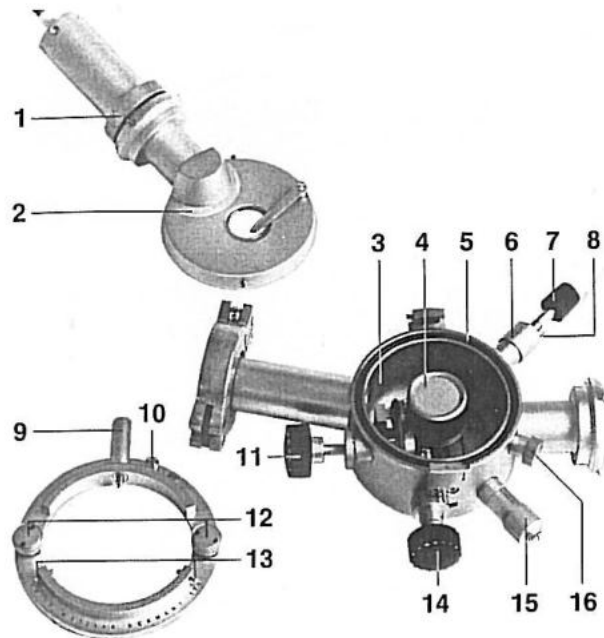


Abb. 7

- Elektronenkanone
- Deckel für Elektronenlumineszenz
- Vakuumkammer
- Objekthalter mit Probe
- Dichtungsring
- Nadelventil
- Drehknopf zum Öffnen und Schließen des Nadelventils
- Schlauchanschluß
- Federbolzen
- Erdungsschraube
- Knopf zum Drehen des Objekthalters
- Rändel-Schrauben zum Befestigen des Kammerträgers
- Schrauben zur Zentrierung der Vakuumkammer
- Drehknopf zum Schwenken des Objekthalters
- Rändelknopf zur linearen Verstellung des Objektes
- Belüftungsschraube

Testobjekt für Elektronenlumineszenz einsetzen, in den

- Objekthalter
oder
- REM-Halter.

Steckhülse verschieben, bis ein Abstand von 19 mm (Objektoberkante — Seitenfläche Zahnrad) eingestellt ist. Hierdurch erhält das Objekt die gleiche Höhenlage wie im Objekthalter (siehe Abb. 4, 1 bis 4).

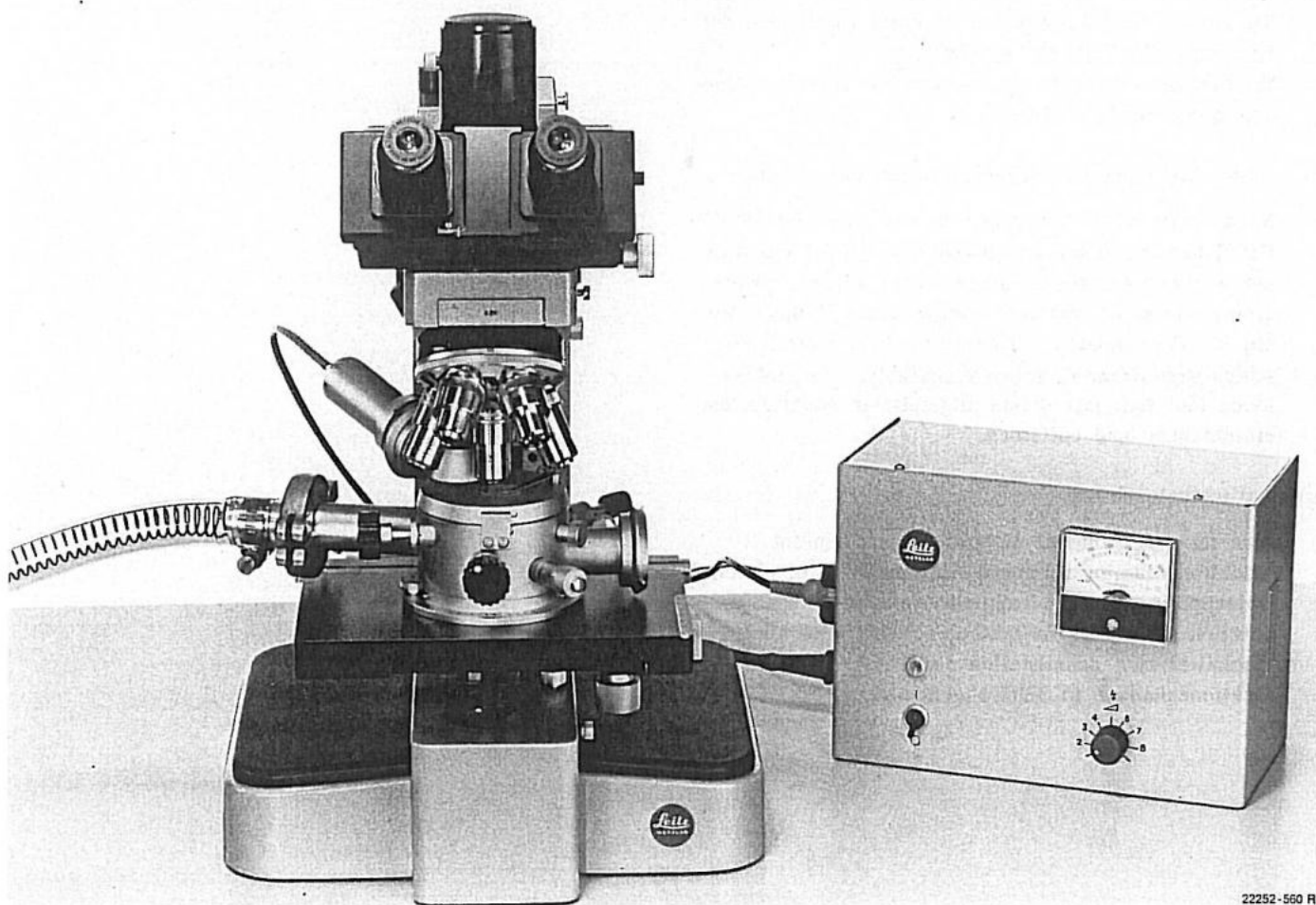


Abb. 8 Elektronenlumineszenzeinrichtung am METALLOPLAN mit Hochspannungsgerät

Inbetriebnahme des Gerätes

1. Kammer bei geschlossenem Nadelventil abpumpen. Beim Schließen des Nadelventils Schraube vorsichtig bis Anschlag drehen (nicht überdrehen).
2. Hochspannung auf einen mittleren Wert einstellen.
3. Nadelventil vorsichtig öffnen bis Entladung zündet und Probe beobachten!
4. Auf optimale Helligkeit (Fokussierung) einstellen und je nach Bedarf Hochspannung auf höhere Werte einstellen. Die optimale Fokussierung wird beim Schließen des Nadelventils kurz vor dem Verlöschen der Entladung erzielt. Die Einstellung ist etwas kritisch, gelingt aber nach einigen Versuchen.
5. Nachjustieren der Kanone (3 Zentrierschrauben) und evtl. des Objektes auf optimale Helligkeit.

Weitere Hinweise

- a) Für die ersten Versuche, sowie für die zuvor beschriebenen Justierarbeiten, benutzt man ein Testobjekt mit ausreichender Lumineszenzausbeute: z.B. Probe aus Degussit (Al_2O_3) oder auch etwas Leuchtschirm-Material (Leuchtstoff) auf einem Träger.
- b) Nach Möglichkeit keine eingebetteten Proben verwenden. Kunststoffe zersetzen sich bei intensiver Elektronenbestrahlung häufig und verunreinigen die Kammer.
- c) Die benutzte Gasart ist von untergeordneter Bedeutung (vorzugsweise Argon, Sauerstoff, auch Luft sind geeignet).
- d) Die eingestellte Hochspannung wird der Temperaturbelastbarkeit des Objektes angepaßt. (Z.B. bei schwach lumineszierenden Objekten muß mit der höchsten Spannung gearbeitet werden. In diesem Falle sind Erwärmung und Helligkeit des Objektes am stärksten.) Es ist also jeweils ein Kompromiß einzugehen.

e) Möglichst hochempfindliche Tageslichtfilme verwenden.
Bei langen Belichtungszeiten ist unter Umständen der Schwarzschildeffekt zu berücksichtigen.
Bei Farbaufnahmen die Farbtemperatur berücksichtigen und gegebenenfalls Filter verwenden.

f) Auswechseln des Hochspannungskabels der Kanone :

Nach Lösen einer Sicherungsschraube kann das 15 KV-Kabel herausgezogen und durch ein 2 KV-Kabel mit entsprechendem Stecker ausgetauscht werden. Durch diesen Austausch und den Austausch der Kathode wird die 15 KV-Kanone für Kontrastier- und Metallbeschichtungs-Arbeiten verwendungsfähig. Die Hohlkathode läßt sich mit einem angespitzten Holzstäbchen einschrauben und entfernen.

g) Auflichtbeleuchtung

wird für vergleichende Untersuchungen benutzt (Elektronenlumineszenz und Auflicht von der gleichen Objektstelle). Auch Mischlicht-Aufnahmen können nützlich sein. Die Auflichtbeleuchtung wird auch eingeschaltet zum Scharfstellen des Objektes, bevor die Elektronenkanone in Betrieb genommen wird.

Ernst Leitz Wetzlar GmbH



D-6330 Wetzlar, Telefon (0 64 41) 29-0, Telex 483 849 leiz d

* = registriertes Warenzeichen.

Änderungen in Konstruktion und Ausführung und Angebot vorbehalten.

Bestell-Nummern der Ausgaben in:

deutsch	englisch
933 572	933 573

Sach-Nr. 560-74 deutsch Printed in W.-Germany XI/86/AW/He.