

Ruimtelijke afbeelding van oppervlaktestructuren met behulp van de raster-elektronen-microscoop

J. ISINGS, N. v. d. BURGH, Mej. R. N. HOOFTMAN
Centraal Laboratorium TNO

Surface structures represented spatially by Stereoscan

Samenvatting

Principe en toepassing van de raster-elektronen-microscoop worden beschreven. Door de grote dieptescherpte, de ruimtelijke afbeelding en de mogelijkheid om vrij grote objecten te onderzoeken is deze microscopische techniek bijzonder geschikt voor het onderzoek van technische materialen. Doch ook bij het onderzoeken van biologische structuren, geologische en mineralogische objecten en katalysatoren heeft de raster-elektronen-microscoop in vele gevallen voordelen.

Aan de hand van een praktijkvoorbeelden worden de mogelijkheden van deze methode geïllustreerd.

Summary

After describing the principle of Stereoscan, this article reviews some applications. Stereoscanning is particularly suitable for investigations on technical materials in view of its excellent qualities in terms of depth of focus, spatial presentation, and scrutiny of fairly large objects. Moreover this microscopic technique is often advantageously used for research on biological structures, catalysts, geological and mineralogical objects.

With reference to a diversified range of practical examples, the merits of stereoscanning are illustrated.

1. Inleiding

Tot voor enige jaren kon het onderzoek van oppervlaktestructuren, indien een sterke vergroting en een hoog scheidend vermogen vereist werden, slechts plaats vinden aan afdrukken (replica's) in de transmissie-elektronen-microscoop.

Door de ontwikkeling van de raster-elektronen-microscoop is hierin verandering gekomen. Dit instrument maakt het mogelijk oppervlakken van relatief grote objecten, d.w.z. 1 cm x 1 cm, direct elektronen-microscopisch te onderzoeken, waarbij een afbeelding met sterke ruimtewerking wordt verkregen.

De ontwikkeling van dit type elektronen-microscoop begon reeds in de jaren 30 toen Knoll [18] en Von Ardenne [1] een elektronen-microscoop construeerden waarbij het object puntsgewijze afgetast werd. Alhoewel Von Ardenne de voordelen van een dergelijk principe toen reeds duidelijk kon maken, waren noch de elektronenoptica noch de elektronica ver genoeg ontwikkeld om een praktische toepassing van het principe toe te laten.

Pas na de tweede wereldoorlog kwam de ontwikkeling weer op gang; voornamelijk in het Cavendish Laboratory in Cambridge. De onderzoeken die daar door Oatley en medewerkers [22-24] werden verricht resulteerden in 1958 in

de raster-Röntgen-microanalysator (Microscan) en enkele jaren later in de raster-elektronen-microscoop (Stereoscan).

2. Principe

Het principe van het instrument wordt weergegeven in fig. 1. Een door middel van 3 elektromagnetische lenzen sterk gefocussede elektronenbundel (b,c,e in fig. 1) rastert een object (g in de fig.). Deze primaire elektronenstraal maakt uit het oppervlak van het object elektronen vrij (z.g. secundaire elektronen). De punt voor punt vrijgemaakte elektronen worden door een elektrisch geladen collector (h) aangetrokken en gericht op een scintillator. Het lichtsignaal dat hieruit resulteert wordt, na omzetting in een elektrisch signaal, gebruikt voor de modulatie van de lichtintensiteit van een kathodestraalbuis (k), die synchroon met de elektronenrastering van het object wordt afgetast. De technische uitvoering van het apparaat is te zien in fig. 2.

De relatieve helderheid van een punt op het beeldscherm hangt af van drie factoren:

1. Het vermogen van een objectdetail om secun-

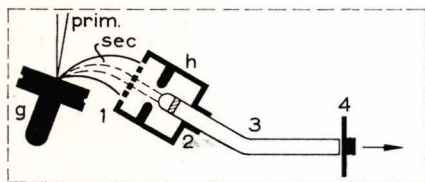
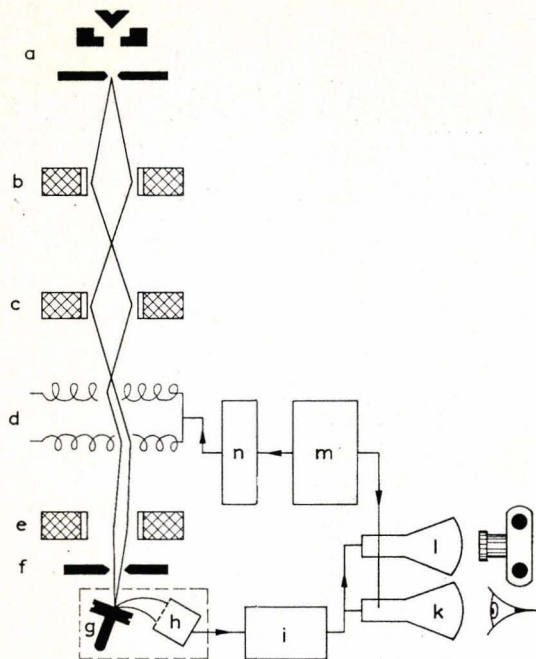


Fig. 1. Schema van de raster-elektronenmicroscop.

daire elektronen te leveren d.w.z. de chemische oppervlakte-topografie.

Vooral bij gladde oppervlakken wordt het contrast in sterke mate door verschillen in chemische samenstelling hiervan bepaald. Bij ruwe oppervlakken treedt deze contrastvorming minder naar voren, doordat de andere twee factoren duidelijk gaan overheersen.

2. De oriëntering van de structurelementen in het oppervlak.

De naar de collector toegekeerde vlakken worden helderder afgebeeld dan de van de collector afgekeerde vlakken, door afscherming van een deel van de secundaire elektronenstroom. Het object wordt daardoor afgebeeld alsof het van boven belicht wordt. Hierdoor wordt een sterk plastisch effect verkregen.

3. De hoek van het preparaatoppervlak met de primaire elektronenbundel.

Treft de elektronenbundel het object loodrecht dan worden aanmerkelijk minder secundaire elektronen vrijgemaakt dan bij schuin invallende elektronen.

In fig. 3 wordt het inwendige van de preparaatkamer met de instelknoppen voor de objectbeweging en het collector-scintillator-systeem getoond. De vergroting wordt in deze microscoop bepaald door de verhouding van het vlakje dat door de primaire bundel wordt afgetast tot het beeldvlak van de kathodestraalbuis. De minimale vergroting is $20\times$, de maximale reële vergroting bedraagt $50000\times$. Weliswaar kunnen sterkere vergrotingen technisch verwezenlijkt worden, doch deze geven geen winst aan scheidend vermogen of objectdetailering. Deze hoge vergrotingen worden slechts ge-

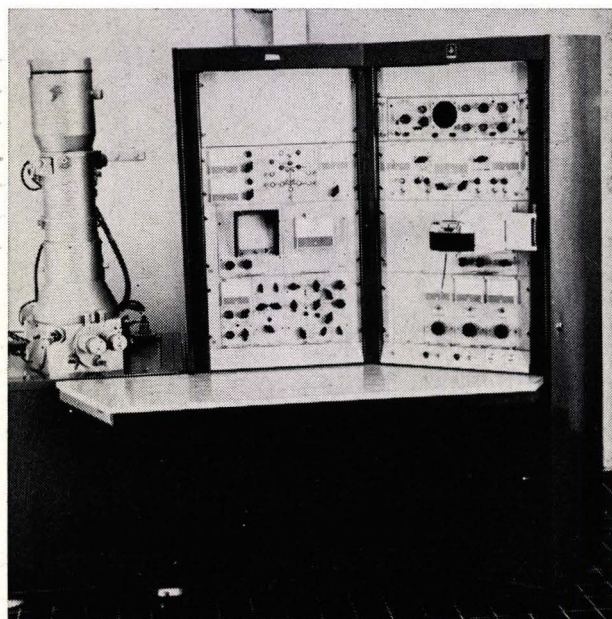


Fig. 2. Raster-elektronenmicroscop „Stereoscan”.

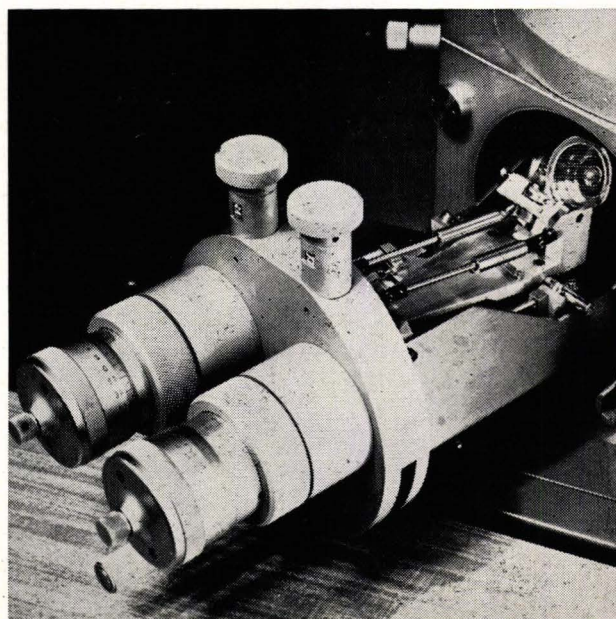


Fig. 3. Preparaatkamer „Stereoscan”.

bruikt voor het nauwkeurig in- en scherpstellen. De nuttige maximale vergroting ligt voor de meeste objecten bij $10000 \times$.

Het scheidend vermogen van de microscoop wordt bepaald door de versnellingsspanning in het elektronenkanon, de focusering van de elektronenbundel en de indringdiepte van de primaire elektronen in het object. De indringdiepte van de primaire elektronen hangt in sterke mate van de aard van het object af. Onder de gunstigste omstandigheden kan een scheidend vermogen van 150 Å bereikt worden.

De scherptediepte is in de raster-elektronenmicroscoop (REM) ca. $300 \times$ beter dan bij vergelijkbare licht-microscopische vergrotingen. De grote scherptediepte, het relatief hoge scheidend vermogen en de stapsgewijze instelbare vergroting van zeer kleine waarde (loupe-vergroting) tot zeer hoge (vergelijkbaar met de transmissie-elektronenmicroscoop), en de realistische afbeelding die nog kan worden versterkt door stereo-opnamen te maken, vormen de sterkste voordelen van de REM t.o.v. de andere microscopische technieken.

Daar dat gedeelte van het object dat bij kleine vergroting in het midden van het videoscherm wordt afgebeeld, ook bij wijziging van de vergroting, in het midden blijft is het localiseren van objectdetails vrij eenvoudig.

Door bij lage vergroting het onderzoek te beginnen is het mogelijk direct aan te sluiten bij licht-microscopische waarnemingen. De hoge vergrotingen daarentegen sluiten weer aan bij waarnemingen met behulp van de transmissie-elektronenmicroscoop. Op deze wijze wordt de kloof, die er, tot nu toe, zeker nog was tussen de licht- en de elektronen-microscopische waarnemingen, tenminste voorzover het oppervlakte-onderzoek betreft, overbrugd. De figuren 4 t/m 9 geven een voorbeeld van een dergelijke vergrotingsreeks. Het grote oppervlak dat bij de kleinste vergroting in éénmaal wordt afgebeeld, nl. $\frac{1}{2} \times \frac{1}{2}$ cm, maakt dat het verkrijgen van statistisch verantwoorde resultaten minder tijdrovend is dan bij de transmissie-elektronen-microscoop.

Daar de preparaten, behalve de verschuiving in de x- en y-richting, ook nog gekanteld kunnen worden, terwijl ook rotatie mogelijk is om de as van het preparaattafeltje, kunnen objectdetails van verschillende kanten onderzocht worden. De figuren 10 t/m 12 geven hiervan een voorbeeld.

3. Objectvoorbereiding

Geleidende objecten kunnen na op een objecttafeltje gekit te zijn, zonder verdere voorbereiding in de REM worden onderzocht. Bij niet geleidende preparaten zoals biologische materialen, textiel, hout en mineralen, moet een geleidend metaallaagje van enkele 100 Å, worden opgedampt omdat anders objectoplading optreedt, die de beeldvor-

ming ongunstig beïnvloedt. Deze opladingsverschijnselen worden zichtbaar als lichte of donkere banden, lijnen of punten. Soms wanneer algehele oplading van het object optreedt is zelfs scherpstellen niet mogelijk. Deze algehele oplading treedt op wanneer het metaallaagje te dun is en de elektronen door dit laagje in de niet geleidende massa binnedringen. Ook bij poreuze objecten geeft het metaallaagje niet voldoende zekerheid dat opladen achterwege zal blijven. In deze gevallen verdient het aanbeveling aan de metaalcoating een behandeling met een anti-staticum te laten voorafgaan. [Wegener 39,40,41,42]. De figuren 13 en 14 geven voorbeelden van opladingsverschijnselen. Oplading kan ook beeldbeweging of plaatselijke beeldverschuiving tot gevolg hebben.

In het geval van beeldbeweging is scherpstellen onmogelijk. Beeldverschuiving treedt soms bij de fotografische opname op en is op de foto meestal goed als zodanig herkenbaar (fig. 15).

Behalve door metaalcoating, zo nodig tezamen met een anti-statische behandeling kan men opladingsverschijnselen verminderen door i.p.v. bij de hoge versnellingsspanningen, 20 of 30 kV, het onderzoek bij 2 of 5 kV te verrichten, of de primaire bundel sterker te begrenzen door een kleiner einddiafragma te kiezen.

4. Toepassingen

Alhoewel de raster-elektronen-microscoop zijn waarde reeds op vele terreinen van onderzoek heeft bewezen, is het bij dit vrij nieuwe instrument nog moeilijk om precies de mogelijkheden en grenzen aan te geven. Wel verschijnen er in toenemende mate publikaties, die dikwijls voorzien zijn van zeer spectaculaire illustraties. De technische gegevens in deze publikaties zijn echter in vele gevallen onvoldoende. Vooral over mogelijke artefacten, prepareermoeilijkheden en technische gegevens betreffende onderzoeksomstandigheden en fotografische technieken worden te weinig gegevens vermeld. De voorbeelden, die in de volgende paragrafen vermeld worden als toepassingsmogelijkheden, geven geenszins een volledig overzicht doch dienen slechts om aan te geven bij welke problemen de REM een belangrijk hulpmiddel kan zijn.

4.1. Textielonderzoek

Reeds in een vroeg stadium van de ontwikkeling van de raster-elektronen-microscoop werd op het belang van dit instrument voor textielonderzoek gewezen. [Oatley 23]. Sindsdien hebben veel onderzoekingen bewezen dat, zowel voor de vezelkunde als voor de textieltechnologie de REM van groot belang is. Hiervoor kan verwezen worden naar publikaties van Moss en Sikorski, Reumuth en Sikorski [21,29,30,31,33].

Ook bij het textielreinigingsonderzoek heeft het

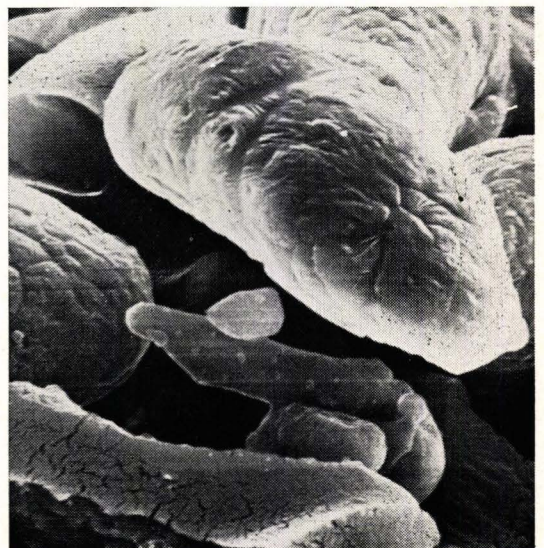
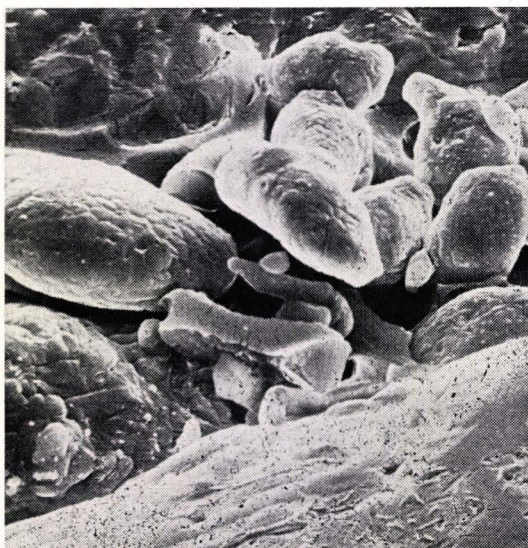
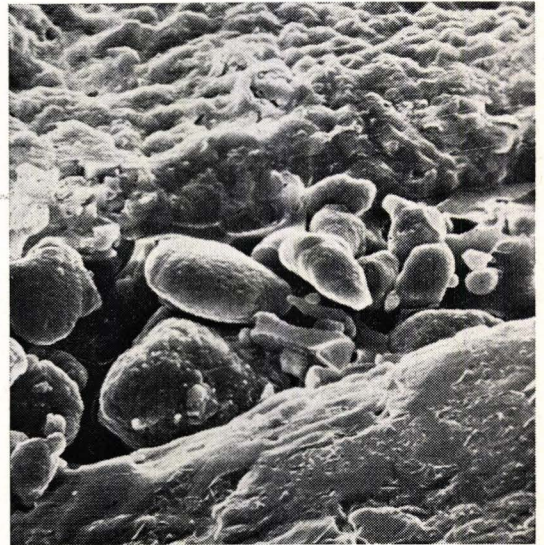
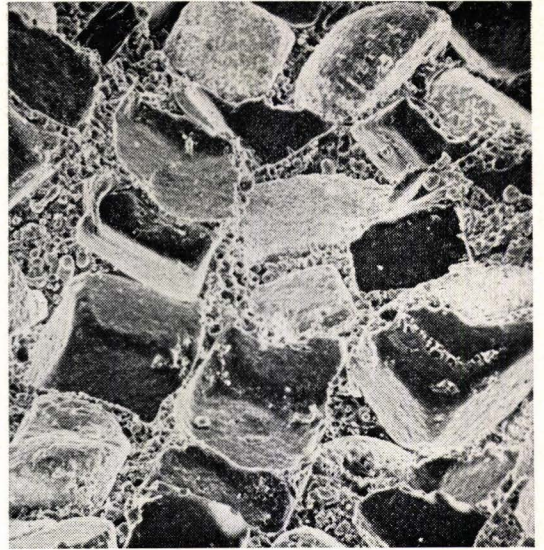
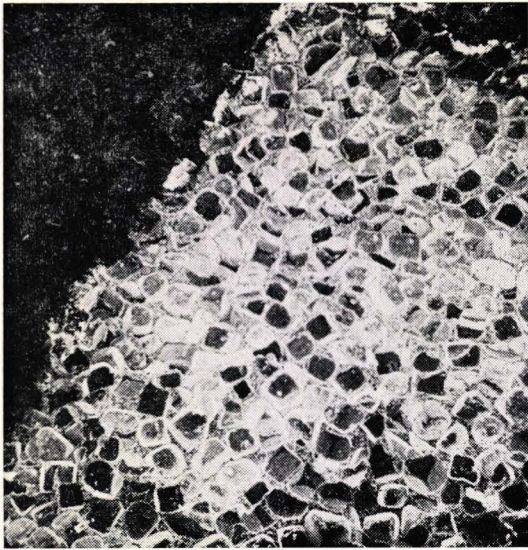


Fig. 4 t/m 9. Vergrotingsreeks van zout/rubber/aluminium-preparaat, resp. $18 \times$, $90 \times$, $450 \times$, $900 \times$, $1800 \times$ en $4500 \times$ vergroot.



Fig. 10. Keukenzoutkristal onder 30°. Vergr. 150 ×.

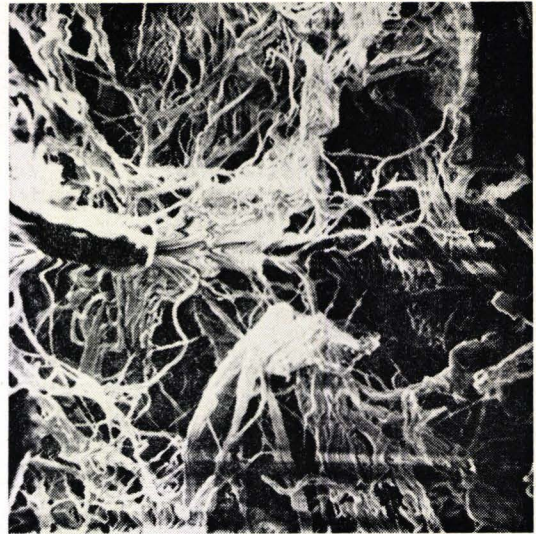


Fig. 13.

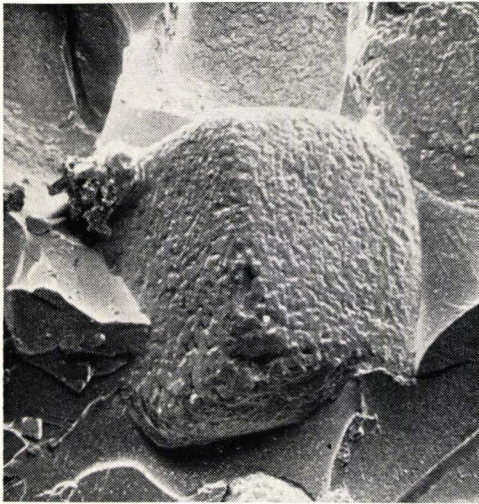


Fig. 11. Als fig. 10, maar 45° geroteerd. Vergr. 150 ×.

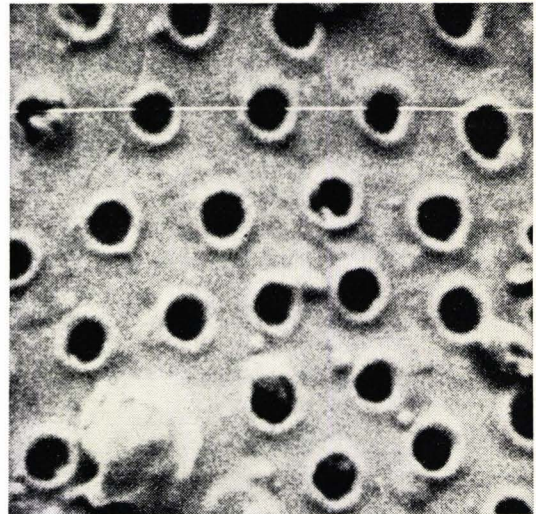


Fig. 14.



Fig. 12. Als fig. 11, maar onder een hoek van 45°. Vergr. 150 ×.

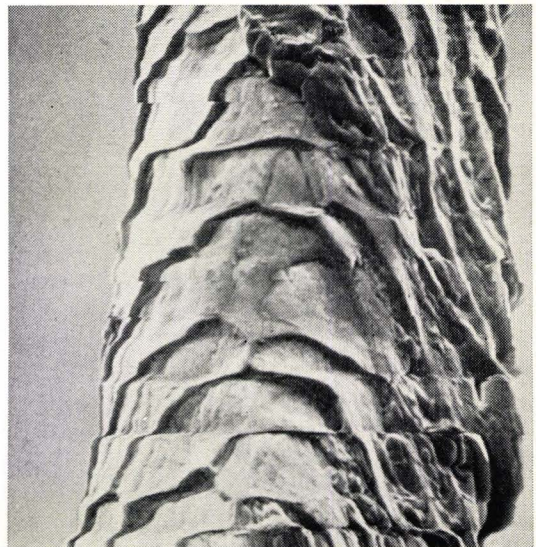


Fig. 15.

Fig. 10 t/m 12. Invloed van roteren en kantelen.

Fig. 13 t/m 15. Opladingsverschijnselen.

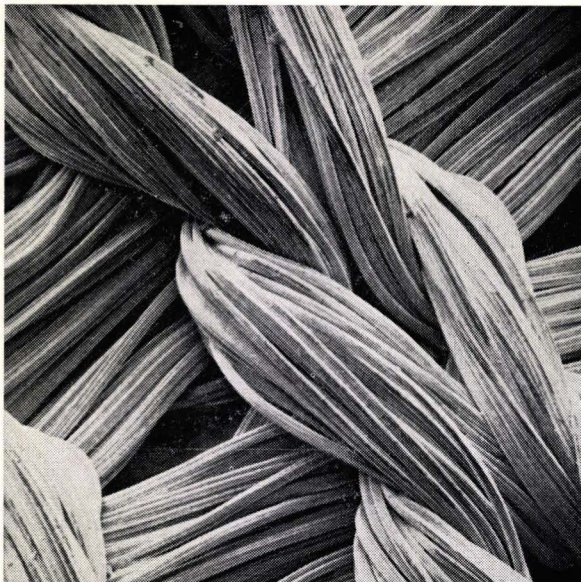


Fig. 16. Triacetaat weefsel. Vergr. 100 ×.

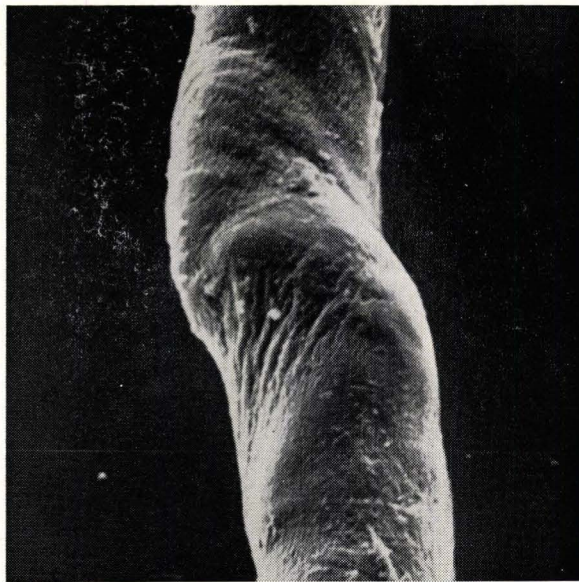


Fig. 17. Oppervlak van katoenvezel. Vergr. 1600 ×.



Fig. 18. Vezelbinding in pakkapieroppervlak. Vergr. 1100 ×.

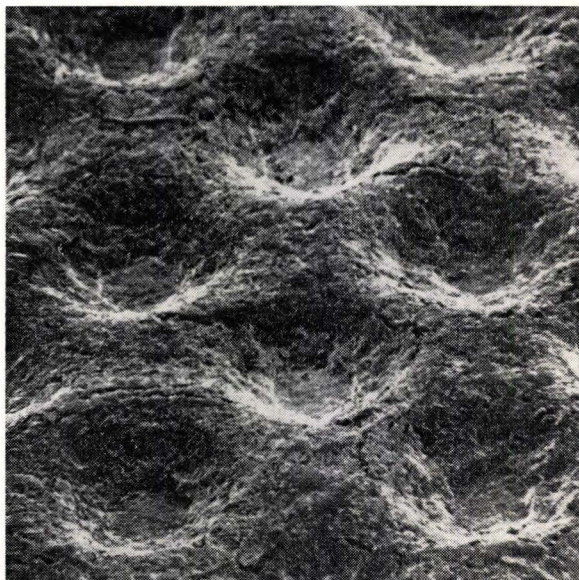


Fig. 19. Grafisch raster. Vergr. 100 ×.

instrument zijn nut bewezen, zoals Huber, Jorg en Reumuth aantoonde [17]. De grote scherptediepte en de goede contrastverhoudingen zijn van groot belang bij het onderzoek van garens en weefsels (fig. 16), terwijl zoals zichtbaar is in fig. 17, de fijne oppervlakte-structuren van de vezels bij sterke vergrotingen goed naar voren komen.

4.2 Papieronderzoek

Het onderzoek van de structuur van papier, de vezel-tot-vezel-bindingen, de oppervlakte-textuur en het onderzoek aan coatinglagen leveren dikwijls nog vrij grote moeilijkheden op. Licht-microscopisch konden tot dusverre in veel gevallen weliswaar goede gegevens verkregen worden en ook met behulp van de transmissie-elektronen-micro-

scoop werd het inzicht in de papierstructuur vergroot, doch er bleven nog altijd vele structuurproblemen over. Vooral ten aanzien van de problemen van de vezel-tot-vezel-binding en de structuur en hechting van coatinglagen kan de REM een belangrijke bijdrage leveren. Een voorbeeld van vezel-tot-vezel-binding is te zien in fig. 18. Ook voor het onderzoek van grafische rasters leent dit instrument zich bijzonder goed (fig. 19).

4.3 Leer en kunstleer

Zowel bij leer als bij kunstleer geeft de raster-elektronen-microscoop een waardevolle aanvulling op de licht- en transmissie-elektronen-microscopische waarnemingen. Vooral de ruimtelijke ordening van vezelbundels, fibrillen en impregnerings-

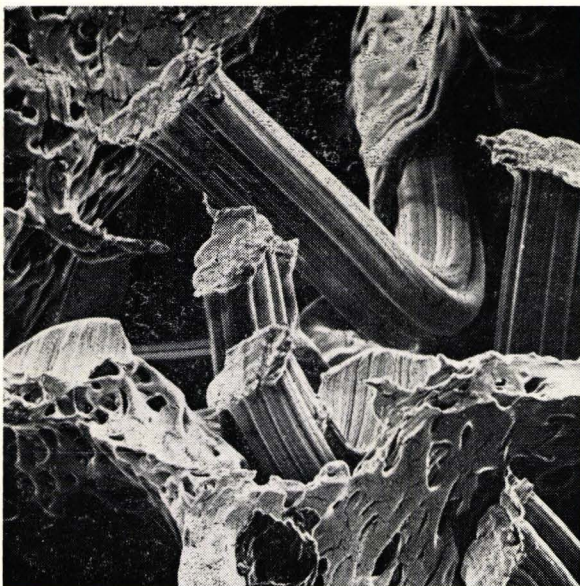


Fig. 20. Kunstleer. Vergr. 1150 ×.

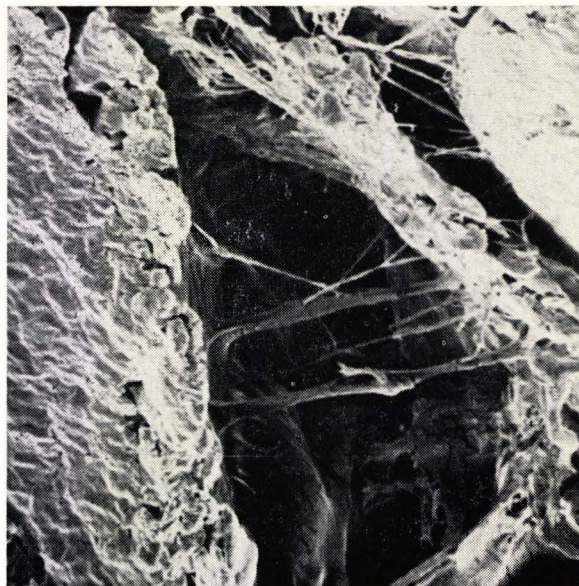


Fig. 21. Leer. Vergr. 1800 ×.

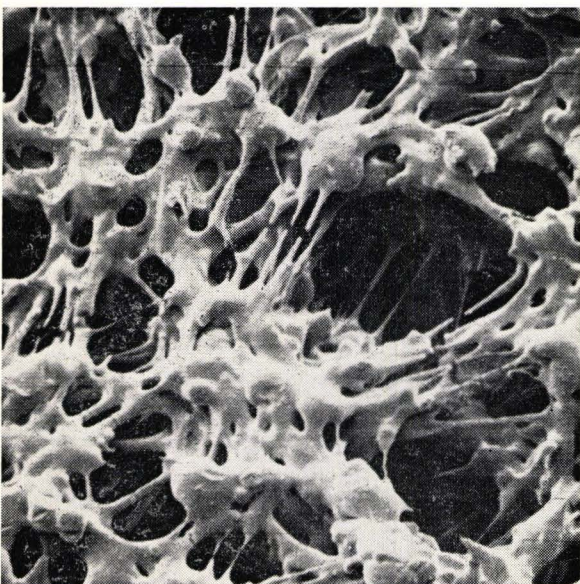


Fig. 22. Oppervlak van „synthetisch papier”.



Fig. 23. Filmtextuur in polypropreenfilm. Vergr. 1000 ×.

middelen bij leer en van vezels en schuimkunststoffen bij kunstleer komen in de REM overzichtelijk naar voren (fig. 20 en 21).

4.4. Kunststoffen

Bij het structuuronderzoek van kunststoffen kan de REM vooral van nut zijn bij het breukonderzoek, bij vulstofonderzoek en bij de afbeelding van structuren in geëtste kunststofoppervlakken. Van dit laatste onderwerp geeft Heymann [16] mooie voorbeelden.

Ook bij de oppervlakteverandering tijdens verouderingsverschijnselen en bij het onderzoek van filmttextuur kunnen goede resultaten worden ver-

cregen. In fig. 22 wordt de structuur van het oppervlak van een synthetisch papier getoond waarbij de details van de strijklag zeer plastisch worden afgebeeld. Fig. 23 toont een voorbeeld van filmttextuur bij polypropreen. Het betreft hier fibrillatie van het materiaal onder bepaalde proefomstandigheden.

4.5. Verfonderzoek

Het onderzoek van verfoppervlakken kan zowel aan kleine monsters als aan replica's van grote oppervlakken plaats vinden. Behalve voor het onderzoek van verfoppervlakken is de REM ook zeer goed bruikbaar voor de controle van gelijkmatigheid en korrelgrootte van pigmenten. (fig. 24).



Fig. 24. Pigmentkorrels. Vergr. 5000 \times .

4.6. Houtonderzoek

Het structuuronderzoek van de verhoude celwand is, zowel voor botanici als voor diegenen die zich bezig houden met research voor de houtverwerkende industrieën van belang. Zowel Pfefferkorn [25] als Resch en Blaschke [28] geven hiervan voorbeelden. Alhoewel met de licht- en met de transmissie-elektronen-microscopie op dit gebied veel goed onderzoek is verricht, blijven er nog vele problemen voor onderzoek over, bijvoorbeeld op het gebied van het verband tussen structuur en penetratie. Van sommige materialen, zoals vezelplaten, is het bijna onmogelijk om redelijke preparaten voor licht- of transmissie-elektronen-microscopie te vervaardigen. Deze moeilijkheden treden bij het prepareren voor de REM niet op. De binding

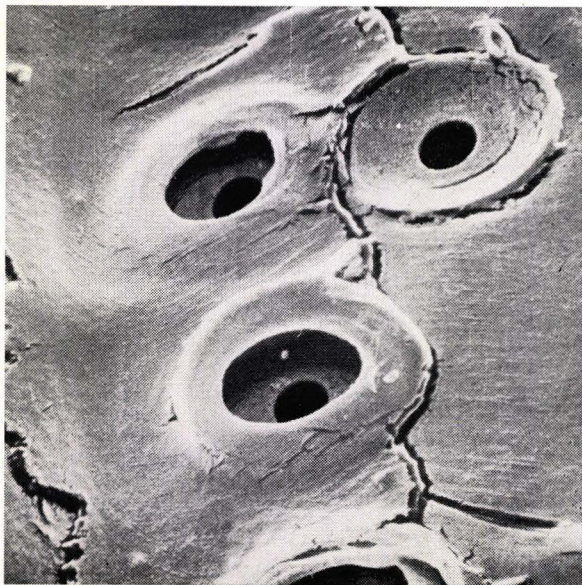


Fig. 25. Hofstippels in red wood. Vergr. 1800 \times .

tussen de verschillende elementen in vezelplaten kunnen daardoor eenvoudig en duidelijk zichtbaar gemaakt worden. Ook voor het onderzoek van hofstippels en droogscheurtjes in de celwand (fig. 25,26) is deze methode van onderzoek zeer geschikt.

4.7. Metaalonderzoek

Voor het onderzoek naar breukverschijnselen, etsfiguren en corrosieverschijnselen bij metalen kan de REM van groot belang zijn. Weliswaar kunnen deze verschijnselen dikwijls goed met behulp van replica's in de transmissie-elektronen-microscopie worden onderzocht, doch het voordeel van de grote objecten, de grote dieptescherpte (fig. 27,28) en de weinig tijd vergende prepareermethode maken het raster-elektronen-microscopisch onderzoek aantrekkelijk, zoals reeds door Predel [27] is aangegeven.

Bij corrosieverschijnselen treden dikwijls zeer poreuze, gemakkelijk breekbare structuren op, die maken dat de normale replica-techniek niet toegepast kan worden. In deze gevallen is de raster-elektronen-microscopie de enige mogelijkheid. Bovendien vindt de REM toepassing bij het onderzoek van spindoppen zoals uit de publikatie van Wells [43] blijkt. Ook bij het onderzoek van naalden in verband met garenbreuk bij naaimachines met een hoog toerental werd de REM reeds gebruikt (Reumuth persoonlijke mededeling).

4.8. Glas, keramische materialen, cement

Reeds in 1962 verscheen er een artikel van Thornley [38] over raster-elektronen-microscopisch onderzoek van keramisch materiaal dat, al was deze techniek toen nog in een beginfase, het nut voor het structuuronderzoek van deze materialen van de REM duidelijk naar voren

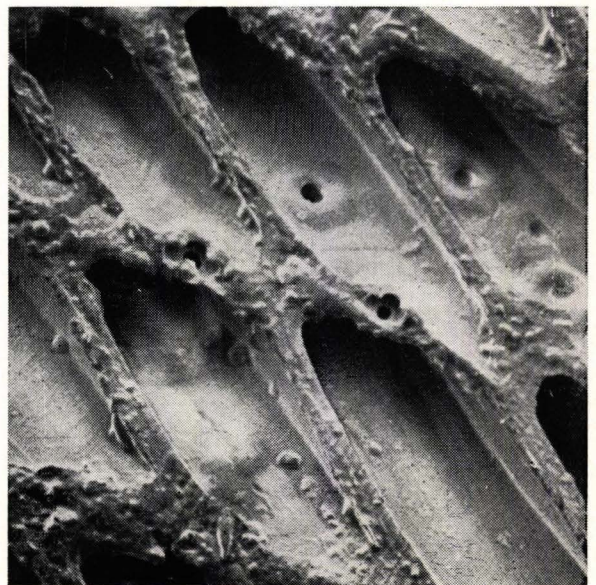


Fig. 26. Houtvaten in naaldhout. Vergr. 500 \times .

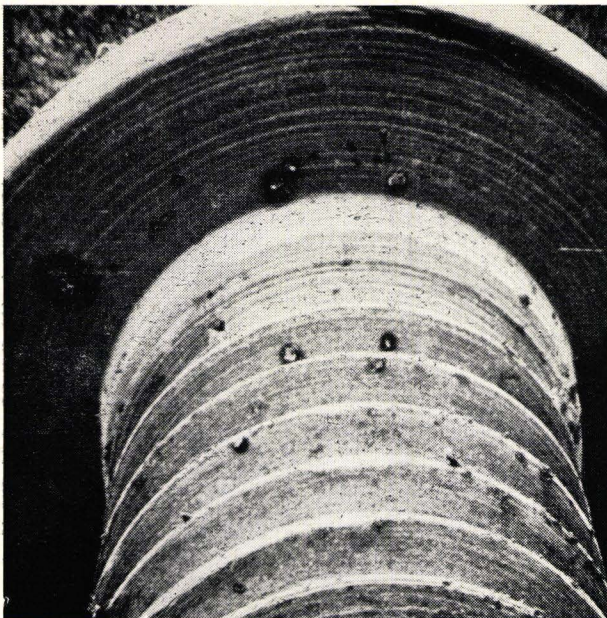


Fig. 27. Schroef. Vergr. 55 ×.



Fig. 28. Dezelfde schroef als in fig. 27 van boven af gezien. Vergr. 55 ×.



Fig. 29. Glasbreukvlak. Vergr. 500 ×.

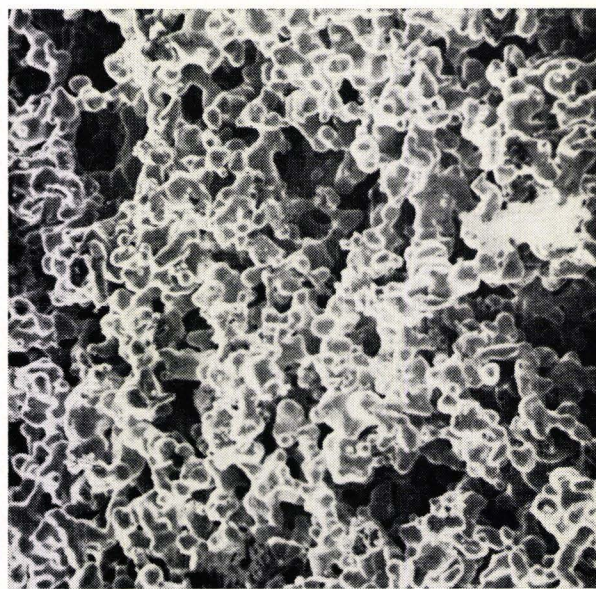


Fig. 30. Nikkelkatalysator. Vergr. 1100 ×.

bracht. Chatterji [6,7] gebruikte de raster-elektronen-microscopie voor het zichtbaar maken van de drie-dimensionale structuur van hydratatie-producten van cement, mede in verband met veroudering. De door hem gepubliceerde opnamen laten zeer goed zien welke mogelijkheden er voor dit instrument ook op dit gebied van onderzoek liggen. Ook bij het onderzoek van glas, zowel aan breukvlakken als aan verouderde glasoppervlakken, biedt de REM vele mogelijkheden. Een voorbeeld van een glasbreuk wordt getoond in figuur 29.

4.9. Poriëngrootte en poriënverdeling

Het bepalen van de grootte en de verdeling van

poriën is microscopisch dikwijls verre van eenvoudig. De poriën zijn bij veel materialen, zoals bijvoorbeeld membraanfilters, te klein voor lichtmicroscopisch onderzoek terwijl het vervaardigen van ultradunne doorsneden voor de transmissie-elektronen-microscopie tijdrovend is. Fromme en Stober [13] toonden aan dat in vele gevallen snelle en betrouwbare resultaten verkregen konden worden met de raster-elektronen-microscopie. Alleen wanneer het gaat om poriën die kleiner zijn dan 300 Å is transmissie-elektronen-microscopisch onderzoek beslist noodzakelijk.

Naast deze materialen waarbij transmissie-elektronen-microscopisch onderzoek mogelijk is zijn er ook objecten, die zich daarvoor slecht lenen, om-

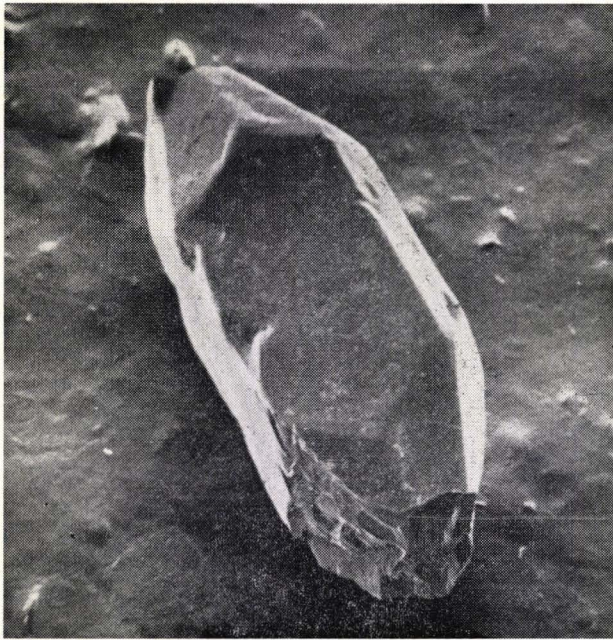


Fig. 31. Zirkoonkristal. Vergr. 220 ×.

dat ze door hun grote ruwheid slecht toegankelijk zijn voor de replica-techniek en er niet of slechts met grote moeite ultradunne doorsneden van vervaardigd kunnen worden. Als voorbeeld hiervan kunnen katalysator-oppervlakken genoemd worden. In fig. 30 is hiervan een voorbeeld te zien.

4.10. Kristallografie, mineralogie, paleontologie

De raster-elektronen-microscopie is bij uitstek geschikt voor het onderzoek van kristalstructuren. De sterke ruimtelijke werking van de beelden en de mogelijkheid om hetzelfde kristal van verschillende kanten te bekijken bieden hier grote voordelen boven de andere microscopische technieken.

Ook voor het onderzoek van microscopische structuren van mineralen en van microscopische fossielen kan de REM zeer goed gebruikt worden. Dikwijls komen er bij deze materialen structuren voor, die te klein zijn voor licht-microscopisch onderzoek doch te groot voor de transmissie-elektronen-microscopie. Het vervaardigen van replica's van deze materialen is vaak zeer moeilijk. De raster-elektronen-microscopie biedt hier de mogelijkheid de objecten direct te onderzoeken, terwijl het scheidend vermogen van het instrument in de meeste gevallen ruimschoots voldoende is voor de structuren, die men wenst af te beelden. Duidelijke voorbeelden van de toepassing in de paleontologie werden gegeven door Minkoff [20], terwijl Blaschke en Seifert [3] de mineralogische mogelijkheden beschrijven. Een voorbeeld van toepassingen bij het kristalonderzoek is te zien in fig. 10 t/m 12 en 31.

4.11. Biologisch materiaal

Reeds in een vroeg stadium van de ontwikkeling van het instrument is door Oatley, Nixon en

Peace [22] gewezen op de mogelijkheden voor biologisch onderzoek. In de eerste jaren nadat de REM voor het onderzoek beschikbaar kwam, beperkte het gebruik zich tot morfologisch systematisch onderzoek van die objecten, die door hun aard en samenstelling zonder een andere voorbereiding dan metaalcoating onderzocht konden worden. Goede voorbeelden van raster-elektronen-microscopisch onderzoek van insecten, hout, pollenkorrels en tandstructuren zijn te vinden in de publicaties van Pfefferkorn [25], Boyde [2], Hinton [15], Hale en Smith [14], Burrichter [4] en Echlin [11]. Daarnaast werd al spoedig getracht ook minder harde weefselstructuren te onderzoeken. Clark, Salisbury en Rowland [8] onderzochten bloedcellen, Small en Marszalek [34] toonden beelden van protozoa, Pfefferkorn en Blaschke [25] publiceerden resultaten van onderzoek aan darm en bloedvatwanden. Bij Richter en Huber [32] kunnen goede voorbeelden van REM toepassingen bij het onderzoek van hersen-, long-, en spierweefsel gevonden worden. In al deze gevallen moet uiteraard gewerkt worden met gevriesdood of gefixeerd en gedehydrateerd weefsel. Ook combinatie van de Vriesets techniek met de raster-elektronen-microscopie lijkt aanbevelenswaardig. Hoe goed biologische structuren zich lenen voor raster-elektronen-microscopisch onderzoek blijkt uit de figuren 32 en 33.

4.12. Overige toepassingen

Behalve alle boven geclassificeerde mogelijkheden moet nog vermeld worden dat de REM op grote schaal gebruikt wordt bij het onderzoek van halfgeleiders. Everhart [12] geeft hiervan een duidelijk overzicht. Sulway, Hughes, Evans en Thornton [36] beschrijven de raster-elektronen-microscopische waarnemingen aan gedrukte bedradingen, terwijl Pfefferkorn en Blaschke het instrument voor stofonderzoek gebruikten.

5. Geïntegreerd microscopisch onderzoek

Uit het, geenszins volledige, overzicht van toepassingsmogelijkheden van de raster-elektronen-microscopie is zonder meer duidelijk dat bij het onderzoek van oppervlaktestructuren deze methode enerzijds de kloof tussen de normale licht-microscopie in gereflecteerd licht en de transmissie-elektronen-microscopie aan replica's overbrugt. Anderzijds geeft de REM een nieuwe dimensie aan het microscopisch onderzoek van materiaaloppervlaktestructuren door de scherptediepte en de goede en in belangrijke mate beïnvloedbare contrastverhoudingen. Het is echter geenszins zo dat deze nieuwe microscopische techniek de licht- en transmissie-elektronen-microscopische methoden verdringt. In tegendeel, het onderzoek van de objectoppervlakken leidt in vele gevallen juist tot een intensivering van het onderzoek van de structurele-

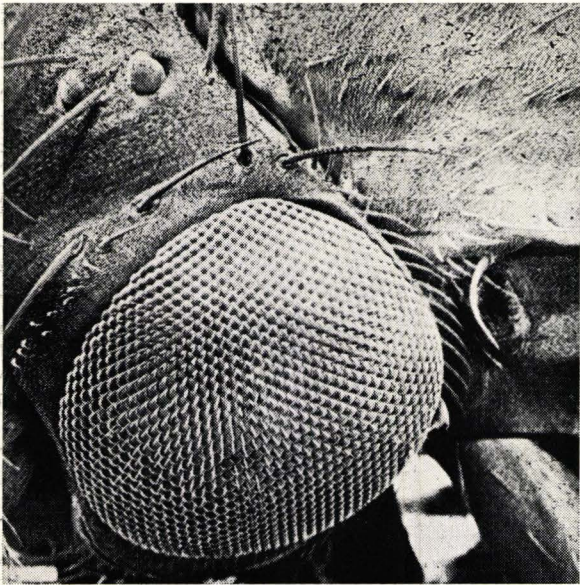


Fig. 32. Oog van fruitliegje. Vergr. 200 ×.

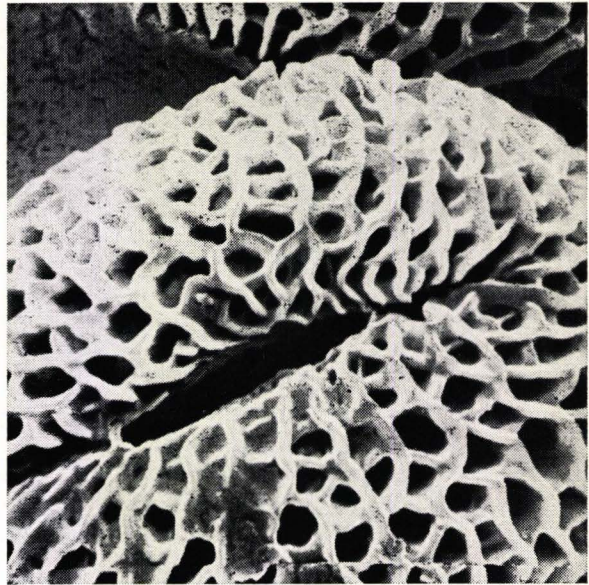


Fig. 33. Pelargonium Pollenkorrel. Vergr. 1900 ×.

menten, waarbij de normale licht-microscopische technieken zoals polarisatie-, fasecontrast- en interferentie-microscopie noodzakelijk zijn. Anderzijds leidt het onderzoek met de REM en met de licht-microscopie in vele gevallen tot nog nauwkeuriger onderzoek van inwendige en van oppervlaktestructuren waarbij het hoge scheidend vermogen van de transmissie-elektronen-microscopie onontbeerlijk is.

Wil men tot een juist inzicht komen van de microscopische opbouw van technische of biologische materialen dan dient vermeden te worden dat de nadruk teveel komt te liggen op één methode van onderzoek. In de beginperiode van de transmissie-elektronen-microscopie is deze fout op vrij grote schaal gemaakt en dit is in vele gevallen nadelig geweest voor het structuuronderzoek als geheel. Slechts wanneer het gehele spectrum van microscopische methoden bij het onderzoek wordt gebruikt, kan verwacht worden dat men een verantwoord beeld krijgt van de microstructuur.

6. Additionele mogelijkheden

Naast de afbeelding, die gebruik maakt van de secundaire elektronenemissie bestaat ook de mogelijkheid de elastisch teruggestrooide elektronen voor de beeldvorming te gebruiken. In de

standaarduitvoering van de raster-elektronen-microscopen is dit eenvoudig mogelijk door i.p.v. een positief een negatief collector-voltage te kiezen. De informatie, die uit deze beelden verkregen wordt is topografisch, maar met daaroverheen een intensiteitsverdeling die afhankelijk is van het atoomnummer van de elementen in het oppervlak. In de laatste jaren is hierbij nog de mogelijkheid gekomen van transmissie-raster-elektronen-microscopie, van elektronen-absorptiemetingen en van geleidbaarheidsmetingen.

Het voordeel van transmissie-raster-elektronen-microscopie is, dat het door een eenvoudig hulpstuk in iedere normale raster-elektronen-microscopie aangebracht kan worden. Het scheidend vermogen dat tot dusverre bereikt werd bij microscopen met een normale gloeikathode is 70 Å maar Crewe [10], die werkte met een veldemissie-elektronenbron, vermeldt dat een scheidend vermogen van 20 Å bereikt werd. Als verdere voordelen voor raster-elektronen-microscopie worden in de literatuur genoemd: de geringe stralingsbeschadiging van de preparaten en het ontbreken van chromatische aberratie [9].

Smith en Considine [35] noemen als beperking van de bruikbaarheid de slechte signaal-ruis-verhouding.

Literatuur

- [1] Ardenne, M. v.; Z. Physik 109, 553 (1938)
- [2] Boyde, A. & Quilliam, T. A.; Med. & Biol. III. 16, 116 (1966)
- [3] Blaschke, R. & Seifert H.; Ref. Deutsche Ges. E. M. (1967)
- [4] Burrichter, E., Amelinx, F., Vahl J., Giele T.; Z. Pflanzenphysiol. 59, 226 (1968)
- [5] Chatterji, S.; Nature 211, 622 (1966)
- [6] Chatterji, S.; Nature 209, 1233 (1966)
- [7] Chatterji, S. & Jefferey J. W.; Nature 214, 559 (1967)
- [8] Clarke, J. A., Salsbury & Rowland G. F.; Science J. 4, 54 (1968)
- [9] Cowley, J. M. & Strojnik A.; Electron Microscopy Rome (1968) 71
- [10] Crewe, A. V., Wall J. & Welter L. M.; Electr. Micr. Rome (1968) 77
- [11] Echlin, P.; Scientific American 218, 81 (1968)

- [12] Everhart, T. E.; Proc. Electr. Probe Symp. Washington (1967) 665
- [13] Fromme, H. G. & Stober, W.; Staub Reinhalt. Luft 26, 270 (1966)
- [14] Hale, W. G. & Smith, A. L.; Rev. Ecol. Biol. du Sol T3, 343 (1966)
- [15] Hinton, H. E.; Proc. Roy. Entom. Soc. London 41, 93 (1966)
- [16] Heymann, K., Riedl, W., Blaschke, R., Pfefferkorn, G.; Kunststoffe 58, 309 (1968)
- [17] Huber, H., Jorg, F. & Reumuth, H.; Wascherei Techn. 20, 1 (1967)
- [18] Knoll, M.; Z. Techn. Physik. 16, 467 (1935)
- [19] Lester, K. S. & Boyde, A.; Calc. Tiss. Res. 1, 44 (1967)
- [20] Minkoff, I.; Phil. Mag. 12, 1083 (1966)
- [21] Moss, J. S. & Sikorski, J.; Proc. Roy. Micr. Soc. 1, 101 (1966)
- [22] Oatley, C. W., Nixon, W. C. & Peace, R. T. W.; Adv. Electr. & Electr. Physics 21, 181 (1965)
- [23] Oatley, C. W. & Smith, K. C. A.; J. Appl. Physics 6, 391 (1955)
- [24] Oatley, C. W.; Spectrum March (1966)
- [25] Pfefferkorn, G. & Blaschke, R.; Umschau 18, 584 (1967)
- [26] Pfefferkorn, G. & Blaschke, R.; Staub Reinh. Luft 27, 324 (1967)
- [27] Predel, B., Pfefferkorn, G. & Blaschke, R.; Prakt. Metallogr. 4, 559 (1967)
- [28] Resch, A., Blaschke, R.; Planta 78, 85 (1968)
- [29] Reumuth, H.; Melliand Text. Ber. 48, 489 (1967)
- [30] Reumuth, H.; Z. Ges. Text. Ind. 69, 227 (1967)
- [31] Reumuth, H.; Melliand Text. Ber. 49, 508 (1968)
- [32] Richter, E. & Huber, H.; Arts en Wereld 1, 1 (1968)
- [33] Sikorski, J. & Sprengmann, W.; Melliand Text. Ber. 4, 471 (1968)
- [34] Small, E. E. & Marszalek, D. S.; Science 163, 1064 (1969)
- [35] Smith, K. C. A. & Considine, K.; Electr. Micr. Rome (1968) 73
- [36] Sulway, D. V., Hughes, K. A., Evans, W. A. & Thornton, P. R.; Appl. Phys. Letters 8, 296 (1966)
- [37] Thornley, R. F. M. & Cartz, L.; J. Amer. Ceramic Soc. 45, 425 (1962)
- [38] Thornton, P. R., Hughes, K. A., Kyaw, H., Millward, C. & Sulway, D. V.; Microelectric. and Reliability 6, 9 (1967)
- [39] Wegener, E. H. & Merkle, R.; Chemiefasern 18, 296 (1968)
- [40] Wegener, E. H. & Merkle, R.; Chemiefasern 18, 372 (1968)
- [41] Wegener, E. H. & Merkle, R.; Chemiefasern 18, 451 (1968)
- [42] Wegener, E. H. & Merkle, R.; Chemiefasern 18, 514 (1968)
- [43] Wells, O. C.; J. Electron Control 7, 373 (1959)