

Jahresschrift für mitteldeutsche Vorgeschichte	76	S. 231 - 248	Halle (Saale)	1994
------------------------------------------------	----	--------------	---------------	------

Konventionelle und atmosphärische Rasterelektronenmikroskopie. Grundlagen und archäometrische Anwendungen

von Manfred Fütting und Holger Schnarr, Halle (Saale)

si parva licet componere magnis

1. Einführung

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ist im wesentlichen in den 50er Jahren entwickelt worden. Noch bevor 1965 die ersten kommerziellen Rasterelektronenmikroskope zur Verfügung standen, hatten die verschiedensten Einzelanwendungen bereits die universelle Einsetzbarkeit dieses Gerätes demonstriert. In den 70er Jahren etablierte sich die REM als eine Routineuntersuchungsmethode besonders in der modernen Werkstoffforschung.

Gegenüber der Lichtmikroskopie bietet die REM eine 100 bis 1000 mal größere Schärfentiefe und gestattet die stufenlose Vergrößerungseinstellung von ca. 10 : 1 bis ca. 300 000 : 1. Dadurch ist die REM der Lichtmikroskopie vor allem bei der Abbildung rauher Oberflächen überlegen. Der weite Vergrößerungsbereich schließt direkt an das mit bloßem Auge zu gewinnende Bild an und gestattet eine bis ins Detail gehende Auflösung der Gefügestruktur.

Gleichzeitig mit der Abbildung im Rasterelektronenmikroskop kann mit geeigneten Detektoren die Röntgenstrahlung gemessen werden, die im Probenmaterial durch die Elektronenbestrahlung entsteht. Dadurch wird eine direkte Zuordnung zu den im betreffenden Probenbereich vorhandenen chemischen Elementen qualitativ (und quantitativ) möglich.

Diese Untersuchungsmethode wird als Röntgen- oder Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA) bezeichnet. Die kleinsten zu analysierenden Bereiche haben eine Ausdehnung von einigen Mikrometern. Die Kombination von Abbildung und Analyse erleichtert die Identifizierung von Phasen und gestattet es, das Gefüge bis in den Mikrobereich zu charakterisieren.

Diesen Vorzügen der REM stand bislang als ein bedeutsamer Nachteil die aufwendige Probenpräparation gegenüber (s. u.), die für die Untersuchung elektrisch nichtleitender Materialien notwendig ist. Einen gewissen Fortschritt brachte dabei die in den 80er Jahren aufkommende REM bei sehr kleinen Beschleunigungsspannungen (low-voltage scanning electron microscopy). Doch dieser Fortschritt war mit sehr starken Einschränkungen für die gleichzeitige mikroanalytische Untersuchung und mit deutlichen Begrenzungen in der erreichten mikroskopischen Auflösung sowie mit ungewohnten Kontrastverhältnissen verbunden. Ein sinnvolles Arbeiten mit den sehr kleinen Beschleunigungsspannungen ist deshalb nur mit neuentwickelten Geräten gegeben, die konstruktiv für diesen Einsatz besser vorbereitet sind.

Inzwischen bietet sich für das Problem der Untersuchung nichtleitender Stoffe mit der REM eine ganz andere Lösungsmöglichkeit an. Am Ende der 80er, Anfang der 90er Jahre kamen Rasterelektronenmikroskope auf den Markt, bei denen sich die Probe nicht mehr in einer hoch evakuierten Umgebung (10^{-5} Torr) befindet, sondern von einer Gasatmosphäre umgeben ist, die herstellerspezifisch Drücke zwischen einigen Millitorr und einigen zehn Torr aufweist.

Da das Gas durch den Elektronenbeschuß der Probe ionisiert wird, kompensieren die positiv geladenen Gasionen entstehende störende elektrische Aufladungen auf der Probenoberfläche.

Eine allgemein akzeptierte Bezeichnung für diese neue Art der REM existiert noch nicht. Bisher werden im Englischen für diese Geräte verwendet: low-vacuum scanning electron microscope (LV-SEM), natural-SEM, atmospheric-SEM und environmental-SEM (ESEM), wobei die letztere Bezeichnung am weitesten verbreitet ist. Als geeignete deutsche Übersetzung schlagen wir vor "atmosphärisches Rasterelektronenmikroskop" (atmosphärisches REM). Dabei ist "atmosphärisch" im Sinne von "die Umgebung bestimmend" zu verstehen, ähnlich der ursprünglichen Bedeutung von "Atmosphäre" als Bezeichnung für die Gasumhüllung eines Planeten bzw. Sterns.

Im folgenden sollen die konventionelle REM und die atmosphärische REM bezüglich Aufbau, Funktion und Anwendungsmöglichkeiten verglichen werden.

2. Konventionelle Rasterelektronenmikroskopie

2.1. Aufbau und Funktion

Im REM wird die Probenoberfläche mit einem feingebündelten Elektronenstrahl (Sonde) zeilenweise abgerastert. Aus den dabei von der Probe ausgehenden Signalen wird Punkt für Punkt - ohne Abbildung mit Linsen - ein Rasterbild des Objektes zusammengesetzt. Die Zuordnung von Objektpunkt zum Bildpunkt wird durch die Führung der Elektronensonde synchron mit dem Schreibstrahl auf dem Bildschirm erreicht (Abb. 1).

Das Bild entsteht durch die Hell-Dunkel-Steuerung des Schreibstrahles mittels der elektrischen Signale, in die die einzelnen Detektoren die von der Probe ausgehenden Signale umwandeln. Das rasterelektronenmikroskopische Bild ist eine Projektion der Probenoberfläche auf eine Ebene senkrecht zum abgerasterten Primärelektronenstrahl, wobei die "Beleuchtung" aus der Richtung des benutzten Detektors zu kommen scheint. Die Vergrößerung ergibt sich aus dem Verhältnis der (konstanten) Bildschirmgröße zur variabel einstellbaren Größe des abgerasterten Feldes auf der Probe.

Um die freie Weglänge für die Elektronen so groß zu machen, daß Zusammenstöße mit Restgasmolekülen sehr selten sind, verläuft der Weg des Elektronenstrahls ausschließlich im Hochvakuum, d.h. die Mikroskopsäule einschließlich der Probenkammer ist bis auf einen Druck von rund 10^{-5} Torr evakuiert.

Die Elektronenstrahlerzeugung erfolgt im oberen Teil der Mikroskopsäule mittels einer Wolframkathode oder -vorteilhafter, aber aufwendiger - mit LaB_6 - bzw. Feldemissionskathoden. Nach der Hochspannungsbeschleunigungsstrecke wird der Elektronenstrahldurchmesser (25 - 100 μm) über einen ein- bis zweistufigen Kondensator und das Objektiv auf die Probenoberfläche verkleinert fokussiert (5 - 10 nm). In der Nähe des Objektivs angeordnete Ablenkspulen bewirken die Erzeugung des Abtastrasters (100 - 2500 Zeilen), wobei durch

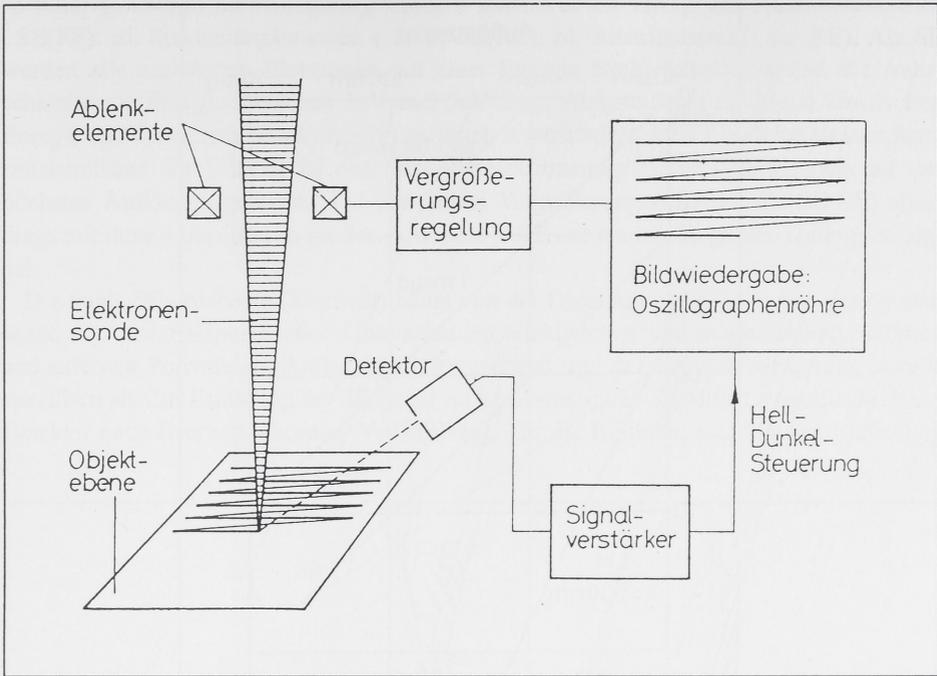


Abb. 1: Schematische Darstellung des Grundprinzips eines Rasterelektronenmikroskops
(nach Brümmer/Heydenreich/Krebs/Schneider 1980)

unterschiedliche Ablenkamplituden die Vergrößerung zwischen 10 : 1 und 300 000 : 1 eingestellt werden kann. Die *förderliche Vergrößerung* (auf den Bildschirm bezogen) ergibt sich aus dem minimalen Sondendurchmesser d , der Bildschirmhöhe B und der Zeilenzahl n als $V_f = B/nd$.

Durch die unterhalb des Objektivs angeordnete Aperturblende (meist in der Ebene verschiebbar; in 3 bis 4 Stufen zwischen 100 und 600 μm wählbar) wird eine geeignete Strahlapertur eingestellt. Die Schärfentiefe und die erreichbare Vergrößerung werden durch die Apertur gegensinnig beeinflusst (Abb. 2). Die hohe Tiefenschärfe ist eine Eigenheit des Rasterprinzips, bei dem die Auflösung im wesentlichen vom Durchmesser der Sonde bestimmt wird, wobei sich dieser Durchmesser aufgrund der kleinen Apertur des Strahls in einem weiten Bereich um den Fokus kaum ändert.

Im REM ist die Schärfentiefe bei gleicher Punktauflösung rund 100- bis 1000mal größer als im Lichtmikroskop. Hinzu kommt, daß die maximal erreichbare Punktauflösung im konventionellen REM unter optimalen Bedingungen bei 5nm liegt (40 000 : 1). Zum Vergleich sei angemerkt, daß mittels Abdrucktechnik im Transmissions-EM eine rund 10mal höhere Auflösung erreicht werden kann, daß allerdings bei dieser Methode nur kleine Bereiche mit geringerem Rauigkeitsgrad und unter erhöhtem Präparationsaufwand untersucht werden können.

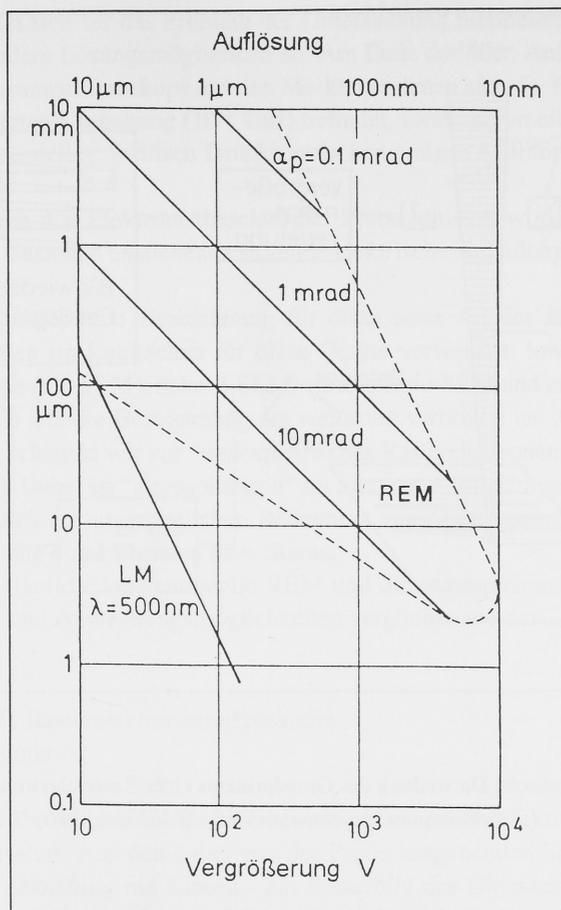


Abb. 2: Vergleich der Schärfentiefe von Lichtmikroskop und REM in Abhängigkeit von der Vergrößerung (Auflösung) bei verschiedenen Primärstrahlparametern (nach Reimer 1985)

2.2. Kontrastentstehung

Die Primärelektronen (PE) lösen durch verschiedene Wechselwirkungsprozesse mit dem Probenmaterial ganz unterschiedliche Signale aus, die dementsprechend unterschiedliche Informationen beinhalten und mit geeigneten Detektoren in den dazugehörigen Abbildungsmoden dargestellt werden können.

In Abb. 3 sind die Anregungsvolumina der unterschiedlichen Signale schematisch für eine Probe mit mittlerer Ordnungszahl dargestellt. Für höhere Ordnungszahlen geht die Tropfenform in eine Kugelkalotte über.

Die Sekundärelektronen (SE) werden einerseits direkt von PE an der Probenoberfläche ausgelöst: SE(PE); andererseits erzeugen auch die aus der Probe herausgestreuten Rückstreuungselektronen (RE) Sekundärelektronen: SE(RE). Beide Sekundärelektronensignale unterscheiden sich nicht wesentlich in Bezug auf die Emissionstiefe (3...10 nm für

Metalle; 10...50nm für Isolatoren), sondern nur durch die Größe des Austrittsbereiches (SE(PE): rd. Sondendurchmesser + 20%; SE(RE): rd. Austrittsbereich der RE). Als SE werden alle emittierten Elektronen mit einer Energie 50eV definiert, wobei die wahrscheinlichste Energie zwischen 1eV und 5eV liegt. Aufgrund der niedrigen kinetischen Energie und der daraus resultierenden geringen Austrittstiefe der SE und des kleinen Austrittsbereiches der SE(PE) ist das Sekundärelektronensignal für Abbildungen mit der höchsten Auflösung geeignet. Bei den hohen Vergrößerungen liefern die SE(RE) allerdings mit ihrer 4 bis 6mal so großen Ausbeute je PE nur ein relativ großes Untergrundsignal.

Die totale SE-Ausbeute (Kontrast) hängt von der Objekttopographie und in geringerem Maße von materialspezifischen Unterschieden, elektrischen und magnetischen, internen und externen Potentialen, Aufladungen, Temperatur und der Kristallorientierung jeweils spezifisch ab. Zur Erfassung der SE findet im konventionellen REM fast ausschließlich der Detektor nach Everhart/Thornley Verwendung. Für die Bildinterpretation von Bedeutung

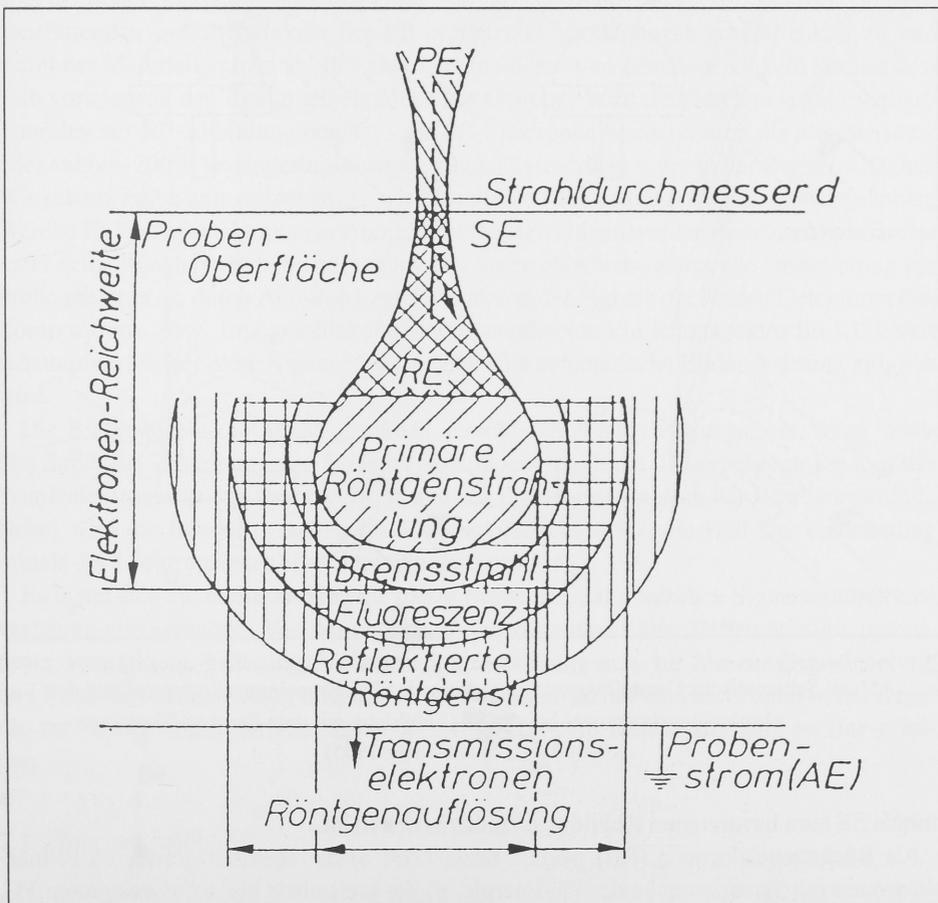


Abb. 3: Schematische Darstellung der Anregungsvolumina der einzelnen Signale, die bei der Wechselwirkung zwischen Elektronenprobe und Probe (mittlere Ordnungszahl) entstehen und für Untersuchungen genutzt werden können

ist dabei, daß die SE von einem auf positivem Potential (bis +300 V) liegenden netzförmigen Kollektor weiträumig aus dem Objektraum abgesaugt werden (Abb. 4). Dadurch wird der Abschattungskontrast (im Vergleich zur RE-Abbildung) verringert. Der Flächenneigungskontrast entsteht durch die Vergrößerung der SE-Austrittsfläche (Verformung des Anregungsvolumens entsprechend dem Verlauf der Probenoberfläche) und der Kanteneffekt durch Überlagerung des Flächenneigungskontrastes der zusammenlaufenden Flächen.

Für die Abbildung mit SE sind PE-Strahlströme von 10^{-12} bis 10^{-10} A ausreichend. Die hohe Auflösung und die geringe Strahlungsbelastung der Probe machen die Abbildung

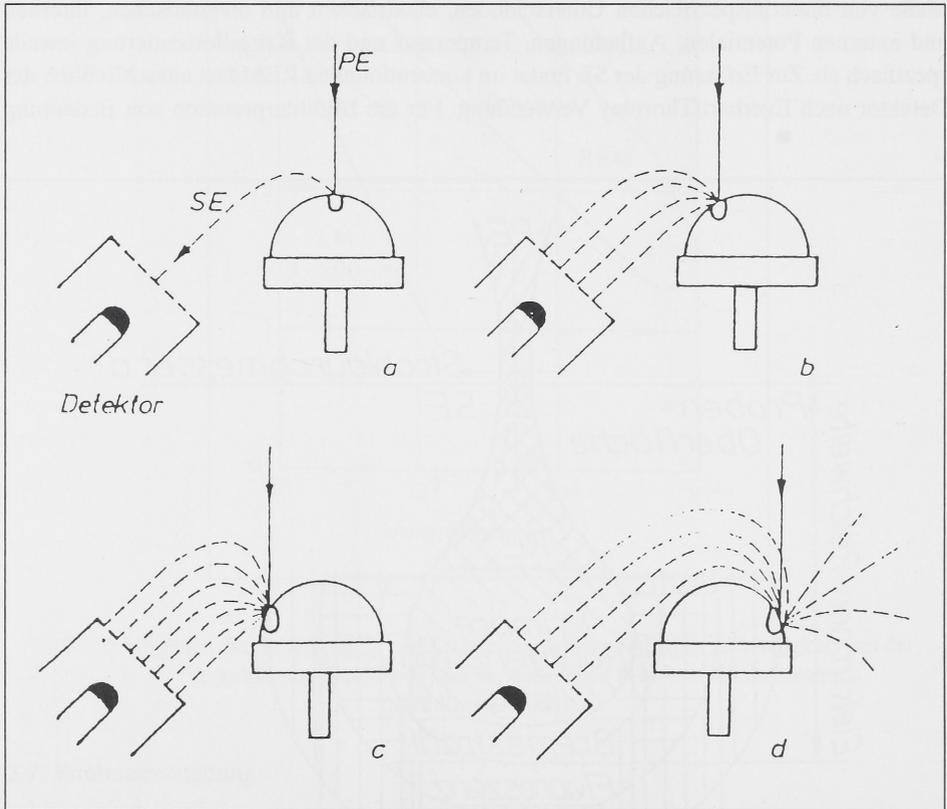


Abb. 4: Schematische Darstellung zur Entstehung des Flächenneigungskontrastes und des Abschattungskontrastes bei der SE-Abbildung mit dem Everhart/Thornley-Detektor (nach Reimer 1985)

mittels SE zum bevorzugten Abbildungsmodus in der REM.

Als Rückstreuerelektronen (RE) werden bezeichnet: a) die elastisch gestreuten Primärelektronen mit Energien nahe der PE-Energie, b) die inelastisch bis diffus gestreuten PE, die größere Energieverluste aufweisen und c) die AUGER-Elektronen, die eine diskrete, elementspezifische Energie zwischen 30 eV und rd. 2 keV besitzen (also auch noch einen Beitrag zum SE-Spektrum liefern) und in der AUGER-Spektroskopie die Analysenfor-

mation liefern.

Durch die Streuprozesse in den elektrischen Feldern der Atome des Probenmaterials entsteht Röntgenbremsstrahlung und bei der Anregung innerer bzw. äußerer Elektronenniveaus die elementspezifische primäre charakteristische Röntgenstrahlung oder alternativ AUGER-Elektronen bzw. Licht- und Infrarotstrahlung (Kathodolumineszenz, KL) (Abb. 2), die bei der ESMA bzw. KL-Spektrometrie analysiert werden. Die Anregung von Plasmonenschwingungen in der Probe führt zur SE-Erzeugung.

Die RE werden aus einem annähernd halbkugelförmigen Bereich, dessen Radius ungefähr der halben Tiefe des Anregungsvolumens der RE (Abb. 3) entspricht, aus der Probe zurückgestreut. Je nach der verwendeten Beschleunigungsspannung und bei senkrechter Inzidenz kommen die RE bei Objekten mit mittleren Ordnungszahlen aus Tiefen von einigen Mikrometern (rd. 2 bis 5 μm). Dementsprechend ist die erreichbare Auflösung bei Abbildungen mittels RE begrenzt. Die Rückstreuwahrscheinlichkeit ist für Beschleunigungsspannungen zwischen 10 kV und 50 kV nahezu unabhängig von der PE-Energie, aber eine monoton wachsende Funktion der durchschnittlichen Ordnungszahl, so daß das RE-Signal Informationen über die Materialzusammensetzung enthält (Z-, Material- oder Kompositionscontrast). Mit abnehmenden Inzidenzwinkeln der PE nimmt die Rückstreuwahrscheinlichkeit zu und damit der Materialkontrast ab. Bei niedrigen Inzidenz- und Abnahmewinkeln kommt deshalb vorwiegend der Topographiekontrast zur Geltung. Wird der Detektor nach Everhart/Thornley zur RE-Abbildung benutzt - die SE-Elektronen werden durch die abgeschaltete oder auf bis -200 V verringerte Absaugspannung unterdrückt -, der in der Regel im flachen Winkel zur Probe angeordnet ist, so wird der starke Abschattungskontrast hervorgehoben. Werden Halbleiterdetektoren zur Abbildung eingesetzt, dann werden diese meist paarweise unter dem Objektivpolschuh angeordnet. Die unterschiedliche azimutale Orientierung zur Probe gestattet es, durch Addition bzw. Subtraktion der Signale der beiden Detektoren den Kompositions- bzw. Topographiekontrast hervorzuheben. Ein Ringdetektor für RE liefert schattenfreie Bilder ohne Kanteneffekt, so daß eine automatische Bildauswertung möglich wird.

Die Bilderzeugung im REM geschieht ausschließlich auf elektronischem Wege, nämlich durch die Zuordnung von Proben- zu Bildpunkten durch das synchrone Rastern des Primärelektronenstrahls über die Probe und des Elektronenstrahls in der Bildschirmröhre. Dabei wird die Information über die Probenoberfläche durch die Hell-Dunkelsteuerung mittels der (elektronischen) Detektorsignale übertragen.

Es bietet sich an, in diesen Weg die ganze Breite der elektronischen Signalverarbeitungsverfahren einzuschalten. Von der einfachen Kontrastumkehr über Differentiation, nichtlineare Verstärkung, Filterung, Untergrundunterdrückung u. a. bis hin zur Digitalisierung und Falschfarbendarstellung reichen die angewandten Verfahren. Damit kann in der Regel die zur Verbesserung der Aussagesicherheit gewünschte Bildaufbereitung on line erfolgen.

2.3. Probenvorbereitung

Die grundlegende Anforderung an eine Probe, die im konventionellen REM untersucht werden soll, ist, daß sich das Probenmaterial in einem vakuumfesten Zustand befindet. Das heißt, daß die Probe sich unter den Vakuumbedingungen in der Probenkammer des REM nicht verändert. Sie darf deshalb z. B. keine Flüssigkeit enthalten, die im Hochvaku-

um verdampfen würde; ebenso keine Gaseinschlüsse, die durch den inneren Druck die Probe zerstören und/oder größere Mengen an Gas freisetzen könnten. Sie sollte auch selbst so beständig sein, daß sie keine merklichen Gas- oder Flüssigkeitsmengen freisetzt. Die maximale Probengröße wird durch die Abmessungen des Probenträgers und durch die Konstruktion der Probenkammer des Gerätes begrenzt und beträgt meist einige cm^3 . Die minimale Probengröße ist praktisch nur durch die Handhabbarkeit bei der Präparation begrenzt; prinzipiell ist auch die Untersuchung von Pulvern möglich.

Proben aus elektrisch nichtleitendem Material sollten mit einer leitenden Schicht bedampft werden, wenn nicht im Niedrigspannungsbereich gearbeitet werden soll. Für die gleichzeitige mikroanalytische Untersuchung sollte diese Schicht möglichst wenig von der Röntgenstrahlung aus der Probe absorbieren und kein Element enthalten, das auch im Probenmaterial enthalten ist. Dadurch wird das in Frage kommende Bedampfungsmaterial praktisch auf Kohlenstoff beschränkt. Darüber hinaus bietet Kohlenstoff auch die beste Gewähr, daß rauhe Bereiche ausreichend beschichtet werden.

Die Bedampfung der Proben erfolgt meist in einem separaten Hochvakuumpumpstand, günstigerweise bei rotierender Probe und aus zwei Quellen, um eine allseitige, gleichmäßige Beschichtung zu gewährleisten. Eine sehr gleichmäßige Beschichtung rauher Proben erreicht man auch in einer Sputteranlage.

Das Probenmaterial sollte während der Elektronenbestrahlung stabil sein. Probleme diesbezüglich treten meist nur bei organischen Materialien auf, wobei die Bedampfungsschicht und die geeignete Wahl der eingestellten Geräteparameter diesen Effekt mildern können. Bei quantitativen mikroanalytischen Untersuchungen (mit einem energiedispersiven Spektrometersystem) ist eine glatte Probenoberfläche zumindest zu empfehlen.

Da die Probe durch die Untersuchung selbst nicht zerstört wird, bietet sich die Möglichkeit, ein Stück, das für Restaurationszwecke oder eben nur für andere Untersuchungen von einem zu großen Objekt entnommen wurde, nach der Untersuchung wieder einzusetzen. Das vollständige Entfernen der Bedampfungsschicht bereitet aber erfahrungsgemäß in den meisten Fällen Probleme. Günstiger erscheint es, in solchen Fällen nach anderen Wegen zu suchen.

Oftmals können die angestrebten Untersuchungen bereits an nahezu mikroskopisch kleinen Probenstücken (s. o.) durchgeführt werden, so daß nur das Problem besteht, diese geringsten Probenmengen geeignet vom Objekt loszulösen. Ist im gegebenen Fall nur die Oberflächenbeschaffenheit des Objektes Ziel der mikroskopischen Untersuchung, kann mit der üblicherweise in der Transmissionselektronenmikroskopie verwendeten Abdruckfolie ein Negativabdruck des Oberflächenreliefs genommen und nach geeigneter Bedampfung im REM untersucht werden. Vielfach bleiben mikrometergroße Teilchen an der Abdruckfolie haften und können bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung des Abdrucks mikroanalytisch charakterisiert werden (Taf. 1; 2). Aus diesem Grunde ist es manchmal vorteilhaft, auf eine die Abbildung erleichternde Goldbedampfung der Abdrücke zu verzichten und nur mit Kohlenstoff zu beschichten.

Für die mikroanalytische Identifizierung von Materialien entwickeln wir z. Z. die Mikroabriebtechnik. Dabei wird mit einem geeigneten Substrat an der interessierenden Stelle des Objektes ein Abstrich vorgenommen, der geringste, mit bloßem Auge kaum sichtbare Materialspuren auf das Substrat überträgt. Anhand dieses dünnen, nur einige μm starken Materialabriebs wird dann die chemische Zusammensetzung des Objektes untersucht (vgl. 4.2). Neben der Handhabung dieser Technik, die vor allem beim Abnehmen des Abstriches

einige Übung erfordert, ist die Auswahl des Substrates von ausschlaggebender Bedeutung für die Qualität der nachfolgenden Analyse. Das Substratmaterial sollte nur aus Elementen bestehen, die bei der mikroanalytischen Analyse leicht von den im Objekt zu erwartenden unterschieden werden können. Die Härte des Substrates muß deutlich über der des Objektmaterials liegen, und die Rauigkeit der Substratoberfläche sollte gerade so groß sein, daß für das Abstrichnehmen nur ein leichter Andruck erforderlich ist.

2.4. Informationen aus rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen

Für die Repräsentativität der Untersuchungsergebnisse sind die Fragen der Probenentnahme und -auswahl von größter Bedeutung. Während bei Proben für makroskopische Untersuchungen unter Umständen schon durch die Auswahl das Ergebnis unbewußt aufgebessert ("geschönt") wird, weil z. B. nur schlecht erhaltene oder nur gut erhaltene, nur bereits zerstörte und nicht mehr restaurationswürdige Objekte beprobt werden, kann dies für mikroskopische Untersuchungen und dabei insbesondere für rasterelektronenmikroskopische und/oder mikroanalytische Arbeiten leichter vermieden werden. Man kann mit außerordentlich wenig Material auskommen und außerdem mehrere Objektstellen beproben, denn der Präparationsaufwand für eine Probenserie ist oftmals nicht viel größer als für eine Einzelprobe - im Gegensatz z. B. zur Lichtmikroskopie -, wenn Dünn- oder Anschliffe untersucht werden sollen. Bei REM-Untersuchungen wird man immer versuchen, mit originalen Oberflächen oder frisch erzeugten Bruchflächen auszukommen. Dadurch ist die Gefahr, die Probe bei der Präparation zu verändern, am geringsten und außerdem der Präparationsaufwand am niedrigsten. Hinzu kommt, daß man dabei den herausragenden Vorteil der REM ausnutzen kann, nämlich raue Probenoberflächen besonders gut abbilden zu können.

REM-Aufnahmen geben einen überaus plastischen Eindruck des Reliefs der abgebildeten Oberfläche. Das ist begründet in der großen Schärfentiefe, die durch die Funktionsweise des REM zustande kommt (vgl. 2.1.), und in den deutlichen Kontrasten, die an den Kanten und geneigten Flächen im Relief auftreten und die eine Eigenart der sekundär ausgelösten Elektronen sind (vgl. 2.3.). Die üblichen Abbildungen mit Sekundärelektronen liefern deshalb vor allem Informationen über die Morphologie. Mit der entsprechenden Erfahrung kann meist schon dadurch das Probenmaterial identifiziert und in vielen Fällen auch näher charakterisiert werden.

Z. B. können Pollen und Fasermaterial identifiziert, verschiedene Wollarten und Leder unterschieden, Holzarten bestimmt und u. U. sogar Farbpigmente an ihrer Kornform erkannt werden¹. An Gläsern, Glasuren, Emails, Keramiken und Metallen können sowohl die Korrosions- und Verwitterungsschichten charakterisiert als auch - selbstverständlich nur, wenn für die Abbildung zugänglich - das Gefüge untersucht und daraus Hinweise auf Ausgangsmaterialien, Bearbeitungsvorgänge, auf die frühere Nutzung der Objekte u. ä. gewonnen werden.

Wichtig sind in diesem Zusammenhang zusätzliche Informationen über den Phasenbestand, die durch ergänzende integrale (makroskopische) Untersuchungsverfahren, z. B. Röntgenbeugung und IR-Spektroskopie gewonnen wurden. Informationen aus ESMA-Untersuchungen helfen bei der Zuordnung zwischen Morphologie und gefügebildenden Phasen.

Abschließend soll hier auf eine offenbar oft übersehene Informationsquelle hingewiesen werden: Die große Schärfentiefe und die stufenlos einstellbare Vergrößerung gestatten eine ausgezeichnete Orientierung bei Übersichtsabbildungen sehr rauher Proben. Es kann damit direkt an die Beobachtung, die mit bloßem Auge möglich ist, angeschlossen werden. Dadurch ist es einfach für den Restaurator, das "Gefühl für das Material" mit den Aussagen über die mikroskopische Struktur zu verknüpfen. Diese Verbindung sollte aber unbedingt schon bei der Auswahl und Entnahme der Proben am Objekt zum Tragen kommen. Erst dadurch wird gesichert, daß der größtmögliche Informationsgewinn aus den REM-Untersuchungen gezogen wird.

Mit den Tafeln 1 bis 14 werden einige Beispiele für Untersuchungen an verschiedenen Materialien gegeben.

3. Atmosphärische Rasterelektronenmikroskopie

3.1. Aufbau und Funktion

Die Grundidee für das atmosphärische REM besteht darin, daß die Probe von einer Gasatmosphäre umgeben ist und daß das durch die Elektronenstrahlung ionisierte Gas entstehende Aufladungen kompensiert. Damit wird es möglich, nichtleitende Stoffe ohne vorherige Beschichtung mit einem leitfähigen Material im REM zu untersuchen.

Konstruktiv wird diese Idee durch den Einbau von Druckstufen realisiert, die so in der Mikroskopsäule angeordnet sind, daß der Primärelektronenstrahl nur auf seinem letzten Wegstück, vor dem Auftreffen auf die Probe von den höheren Gasdrücken beeinflusst wird (Abb. 5). Die Druckstufen sind jeweils separat an die Vakuumpumpen angeschlossen und werden durch druckbegrenzende Lochblenden voneinander getrennt, durch die der Elektronenstrahl ungehindert durchtreten kann. Die Öffnung der druckbegrenzenden Blende, die die Probenkammer von der ersten Druckstufe trennt, bestimmt den maximal einstellbaren Gasdruck im Probenraum.² Gleichzeitig schränkt sie - bei kleinen Durchmesser - das Bildfeld ein, so daß es je nach gewählter Blendenöffnung bzw. maximalem Probenkammerdruck eine minimale Vergrößerung gibt, bei der das Bildfeld gerade noch nicht durch Randabschattungen verkleinert ist (200 : 1 oder 100 : 1).

Da der in der konventionellen REM für Sekundärelektronenabbildungen verwendete Everhart/Thornley-Detektor durch die Gasatmosphäre in seiner Funktion gestört wird, ist für das ESEM von ElectroScan ein neuartiger Detektor entwickelt worden, der die Gasfüllung der Probenkammer als Verstärkermedium nutzt. Dieser environmental secondary electron detector (ESD) arbeitet im Prinzip wie ein Proportionalzählrohr, d. h. mit einer Absaugspannung von einigen 100V werden die bei der Wechselwirkung zwischen PE und dem Probenmaterial bzw. dem Gas entstehenden Elektronen in Richtung auf den Detektor beschleunigt, erzeugen auf dem Weg dorthin bei Kollisionen mit Gasmolekülen neue, environmental SE, und es ergibt sich letztlich ein lawinenartiger Verstärkungseffekt (Abb. 6). Die wirksame Fläche des ESD ist gleichzeitig als unterste druckbegrenzende Blende konstruiert worden. Aufgrund dieser Anordnung "sieht" der Detektor die Probenoberfläche aus der Richtung des PE-Strahls, und ein "Um-die-Ecke-schauen" wie beim Everhart/Thornley-Detektor (Abb. 4) tritt nicht auf. Die zum Füllen der Probenkammer in Frage kommenden Gase haben unterschiedliche Verstärkungsqualitäten. Erfreulicherweise hat sich herausgestellt, daß der leicht zu handhabende Wasserdampf sehr gut geeig-

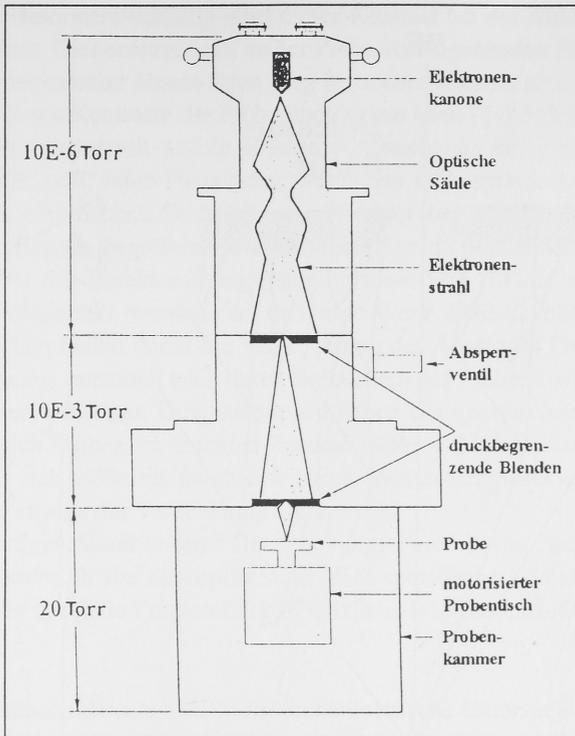


Abb. 5: Prinzipskizze des atmosphärischen Rasterelektronenmikroskops
(nach Sujata/Jennings 1991)

net ist. Außerdem enthalten Proben eher Wasser als andere Flüssigkeiten, so daß sich ein weiterer Vorteil dadurch ergibt, daß das feuchte Probenmaterial durch die Wasserdampf-atmosphäre in der Probenkammer vor dem Austrocknen bzw. wenigstens vor dem zu schnellen Austrocknen bewahrt werden kann. Verzichtet man auf hohe Vergrößerungen und arbeitet im oberen Druckbereich, oder kühlt man die Probe, so lassen sich Wasserdampf-gleichgewichtsdrücke im Probenraum einstellen, die die In-situ-Beobachtung von nassen Proben, von Wasseroberflächen oder auch von Benetzungs- oder Tränkungs-vorgängen im Mikroskop möglich machen.

3.2. Kontrastentstehung

Alle wesentlichen Vorteile der konventionellen REM wie Tiefenschärfe, hohes Auflösungsvermögen, Plastizität der mikroskopischen Abbildungen bleiben in der atmosphärischen REM erhalten, ebenso die Möglichkeit, gleichzeitig mit der Mikroskopie auch mikroanalytische Untersuchungen vorzunehmen. Dabei ist allerdings mit steigendem Druck in der Probenkammer eine zunehmende Streuanregung benachbarter Probenpartien zu berücksichtigen.

Die aus der konventionellen REM bekannten Kontrasterscheinungen, wie Flächen-neigungs-, Kanten- und Materialkontrast (2.2.), treten auch im atmosphärischen REM auf.

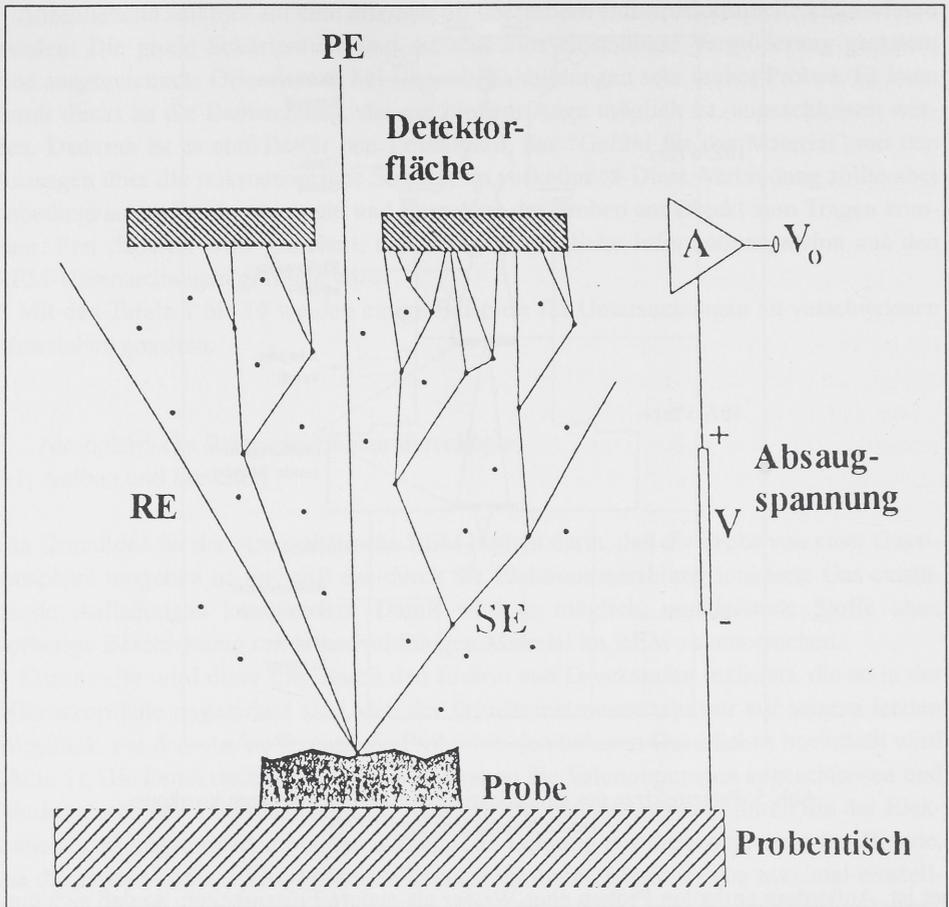


Abb. 6: Schematische Darstellung der Funktionsweise des ESD (environmental secondary electron detector) (nach Sujata/Jennings 1991)

Aufgrund der Wechselwirkungen mit den Gasmolekülen kommen aber neue hinzu. Durch Streuung an den Gasmolekülen geht ein Teil der PE dem fokussierten Strahl verloren und erzeugt keine ortsspezifische Information, sondern nur einen auflösungsbegrenzenden Bildsignaluntergrund. Obwohl diese Streuverluste in einem Druckbereich von einigen Torr tolerierbar sind, müssen die sie bestimmenden übrigen Parameter (im wesentlichen die Beschleunigungsspannung und die gasbelastete Wegstrecke der PE) möglichst optimal aufeinander abgestimmt werden. Die zu optimierende Größe wird dabei meist die erreichbare Auflösung sein. Im Rahmen eines BMFT-Projektes (Fraunhoferinstitut) wird versucht, diese Optimierung für die Materialien, die in der Archäometrie üblicherweise von Interesse sind, durchzuführen³.

Die gestreuten PE, die RE und die SE lösen jeweils im Gas neue SE aus, deren Anzahl von der im Gas zurückgelegten Wegstrecke abhängt. Sind nun die Wegstreckenunterschiede, die durch das Oberflächenrelief der Probe zustande kommen, nicht zu klein gegenüber dem durchschnittlichen Weg zum Detektor, so kann man einen Weglängenkon-

trast beobachten. Besonders auffällig wird dieser Kontrast bei der Abbildung der Ränder freitragender Proben. Hier erzeugen die an der Probe vorbeigehenden PE, die dann weit in die Tiefe der Probenkammer hinein ihren Weg fortsetzen können, eine hohe Untergrundhelligkeit, die u. U. die Kontraste der Probe überdecken kann (Taf. 9-14).

Diesem ähnlich, aber durch andere Effekte verursacht, ist ein Kontrast, der scharfe Spitzen und Kanten, z.B. feine Faserenden, besonders hell erscheinen läßt. Das liegt in der Erhöhung der elektrischen Feldstärke des Detektorabsaugfeldes in der Nähe scharf gekrümmter Oberflächen begründet. Um Durchschläge zu vermeiden, muß deshalb in ungünstigen Fällen die Detektorabsaugspannung unter den für die anderen Kontraste optimalen Wert abgesenkt werden, so daß nur dieser Feldstärkekontrast dominiert. Abhilfe ist in solchen Fällen durch die Vergrößerung des Abstandes Probe-Detektor oder durch Druckerhöhung, eventuell auch durch Befeuchten des Probenmaterials zu schaffen.

Während unserer bisherigen Untersuchungen haben wir überraschenderweise feststellen können, daß sich Proben im feuchten Zustand besser abbilden lassen, als getrocknet. Dieser Effekt läßt sich vielleicht durch eine lokale Wasserdampfdruckerhöhung über der Probenoberfläche infolge der Verdunstung erklären.

Beim gegenwärtigen Stand unserer Untersuchungen muß davon ausgegangen werden, daß sich noch weitere für die atmosphärische REM spezifische Kontrastphänomene zeigen werden, die für spezielle Fragestellungen nützliche Informationsquellen sein können.

3.3. Vorteile der atmosphärischen REM für archäometrische Untersuchungen

Mit der atmosphärischen Rasterelektronenmikroskopie sind die Materialien, die in den archäologischen Funden vorrangig von Interesse sind (oxidierte Metalle, feuchte Holz-, Gewebe-, Textilfragmente, Knochenreste, nichtleitende anorganische Materialien wie Gläser, Keramiken u. ä.), ebenso einfach und schnell zu untersuchen wie bisher mit der konventionellen REM nur Metalle. Alle diese Materialien können im Prinzip in dem Zustand, in dem sie vorgefunden werden, im Mikroskop untersucht werden, da auch für nichtleitende oder feuchtigkeitshaltige Proben keine vorherige Beschichtung mit leitfähigen Filmen notwendig ist. Das bringt nicht nur eine Verringerung des zeitlichen und apparativen Aufwandes mit sich, sondern bietet auch die Möglichkeit, auf spezielle Fragestellungen sofort zu reagieren. Es ist denkbar, daß bei schwierigen Restaurationsarbeiten Restaurierung, Mikroskopie und Mikroanalyse im Wechsel schrittweise vorangebracht werden. Hinzu kommt, daß die Gefahr von Trocknungs- und/oder Präparationsartefakten ausgeschlossen werden kann.

Die Präparation für die atmosphärische REM kann sich darauf beschränken, die Proben nur für die zu untersuchende Fragestellung vorzubereiten, d. h. beispielsweise Korrosions- oder Verwitterungsschichten, Farbschichten, bearbeitete Oberflächen, Gefügepartien für die Mikroskopie freizulegen. In schwierigen Fällen kann dabei diese Vorbereitung in situ im Mikroskop selbst erfolgen. Ein von außen bedienbarer Mikromanipulator ermöglicht es, z. B. mit einer feinen Nadel (50 µm Durchmesser) die Probe zu "bearbeiten" (vgl. Taf. 3; 4). Ebenso sind In-situ-Tränkungs- und Benetzungsexperimente, z. B. zur Wirkung von Verfestigungsmitteln, durchführbar.

Die mikroskopischen und mikroanalytischen Untersuchungen sind zerstörungsfrei möglich, und da eine Probenvorbereitung für die atmosphärische REM prinzipiell nicht

notwendig ist, können die Objekte unverändert bleiben. Sie stehen damit u.a. für weitere Untersuchungen zur Verfügung.

Aus den oben genannten Vorteilen kann gefolgert werden, daß die atmosphärische REM hinreichende Bedingungen bietet, auch in der Archäometrie zu einer routinemäßigen Nutzung der Rasterelektronenmikroskopie zu kommen. Damit wäre die archäologische Mikrodiagnostik auf einen Stand zu bringen, der an das Niveau und die Schnelligkeit in der Werkstoffforschung heranreicht.

4. Anwendungsbeispiele

4.1. Marmor (Taf. 1; 2)

Von der Oberfläche eines frischen Bruches wurde mittels Abdruckfolie ein Gefügeabdruck genommen, der dann - zur Steigerung der Abbildungsqualität mit Gold bedampft - später stellvertretend für die Marmorprobe selbst im konventionellen REM untersucht wurde. Neben methodischen Fragestellungen, die die Leistungsfähigkeit und Optimierung dieser Technik betrafen, stand vor allem die Charakterisierung der Porosität des Marmorgefüges, die u. U. auf schwere innere Schädigungen oder gefährliche Angriffspunkte für Verwitterungsprozesse hinweisen kann, im Vordergrund.

In den SE-Abbildungen dominieren hier der Flächenneigungskontrast und der Kanten effekt. Letzterer ist durch die Wahl einer relativ kleinen Beschleunigungsspannung (5 kV) auf ein Maß beschränkt, das die Auflösung feiner Oberflächendetails (bis ca. 1 μm) auf den "Kristallitflächen" des Abdrucks erlaubt. Der Materialkontrast wird durch die niedrige Beschleunigungsspannung und die Goldbedampfung unterdrückt, wie Tafel 2.2 zeigt, auf dem sich der mit dem Abdruck extrahierte Calcitkristall nur durch seine glatten Flächen von der Abdruckfolienoberfläche unterscheidet.

Gewollt oder unbeabsichtigt, durch den Abdruck extrahiertes Material läßt sich mikroanalytisch charakterisieren und kann gegebenenfalls wichtige Hinweise, z. B. auf Verwitterungs- oder/und Korrosionsprozesse geben.

4.2. Geschmiedetes Silber (Taf. 3; 4)

An einem Bruchstück aus der Gefäßwand des Hemmoorer Eimers⁴ wurde die Leistungsfähigkeit der Mikroabriebtechnik mit der der üblichen Analysenmethode, bei der sich das Untersuchungsobjekt selbst in der Probenkammer des Mikroskops befindet, verglichen. Als Substrat wurde reine Aluminiumoxidkeramik verwendet, die als nahezu porenfreies Material in Stäbchenform (1 mm x 4 mm im Querschnitt) vorlag. Da die Legierungszusammensetzung des Silbers bestimmt werden sollte, mußte der Abrieb durch die aufliegende Korrosionsschicht aus Silberchlorid hindurch erfolgen. Deshalb sind auf dem Keramiksubstrat (Taf. 3.1) neben den relativ glatt erscheinenden, nur in Reibrichtung gefurchten Silbermaterialspuren auch Korrosionsschichtreste zu finden. Um die Analyseergebnisse mit Ergebnissen vergleichen zu können, die direkt am Objekt gewonnen wurden, ist in situ mit einer feinen Nadel (Taf. 3.2) ein kleiner Bereich des Objektes von der Korrosionsschicht befreit worden. Die bei dieser Mikrobearbeitung zurückbleibende Spur ist dreimal kleiner als die mit bloßem Auge kaum sichtbare ungefähr 50 μm breite Spur, die die Mikroabriebtechnik zurückläßt (Taf. 4.1). Die Röntgenspektren, die vom freigeleg-

ten Silber und von den Silberspuren auf dem Keramiksubstrat aufgenommen wurden, zeigen eine sehr gute Übereinstimmung (Taf. 4.2). Geringfügige Unterschiede in der Höhe der Peaks vom Chlor sind auf Zufälligkeiten bei den miterfaßten Korrosionsspuren zurückzuführen. In der folgenden Tabelle sind die Analyseergebnisse zusammengefaßt:

Tab. 1: Analyseergebnisse

Legierungselement [in %]	unbehandelte Oberfläche	freigelegte Silberoberfläche (Nadel)	Abriebspur der Mikroabriebtechnik	Silberspuren auf dem Keramiksubstrat
Ag	95,3 ± 1,9	96,2 ± 1,5	95,0 ± 1,4	97,7 ± 1,4
Cu	3,0 ± 0,4	1,7 ± 0,3	2,7 ± 0,4	1,3 ± 0,2
Au	0,6 ± 0,2	1,4 ± 0,6	1,2 ± 0,5	0,3 ± 0,1
Pb	0,9 ± 0,6	0,5 ± 0,3	0,8 ± 0,4	0,6 ± 0,3
Zn	0,16 ± 0,1	0,17 ± 0,08	0,23 ± 0,1	0,08 ± 0,06
(Cl) Anteil an der Gesamt-Analyse	22	15	10	13

4.3. Zinkguß (Taf. 5; 6)

Vom verkleinerten Modell des Reiterstandbildes des Großen Kurfürsten von Andreas Schlüter, das sich im Französischen Dom in Berlin befindet, war der vorderen linken Sockelfigur der linke Zeigefinger abgebrochen. Die sich damit bietende günstige Gelegenheit, von diesem oft als "Bronzeguß" ausgewiesenen Objekt das kleine Bruchstück direkt im REM untersuchen zu können, wurde genutzt.

Da selbstverständlich die Forderung, das Stück absolut unverändert zur Reparatur zurückzugeben, erfüllt wurde, mußte das mit einer teilweise elektrisch nichtleitenden Korrosionsschicht überzogene Metallstück im vorgefundenen Zustand untersucht werden. Durch die nichtleitenden Partien entstanden Aufladungseffekte, die in den beiden konventionellen SE-Abbildungen die sehr hellen Bereiche verursachten. Das könnte ohne Kenntnis der Ursache leicht als Materialkontrast mißdeutet werden.

Auf der SE-Abbildung (Taf. 6.1) ist die Strukturierung der Korrosionsschicht(en) erkennbar. Die in große plattenartige Stücke zerbrochene Oberflächenschicht, deren Dicke man aus der Abbildung abschätzen kann (bis 20 µm), stellt die Metallfärbung dar, in diesem Fall Kupfer (wahrscheinlich galvanisch aufgetragen und dann auf Bronze gefärbt). Außerdem ist in der unteren linken Bildhälfte das Gefüge des mikroanalytisch als Zinkguß identifizierten Metalls sichtbar. Sich über diese Bruchfläche ziehende Korrosionsspuren deuten an, daß in das Material hinein fortschreitende Korrosion den Bruch vorbereitet hat. Zu den Kontrastverhältnissen in dieser Abbildung kann noch angemerkt werden, daß die Orientierung der Metallgefügefläche zum Everhart/Thornley-Detektor, er "blickt" von

rechtsoben auf das Bild, gerade so abgestimmt wurde, daß der Materialkontrast (hier durch die von den RE ausgelösten SE) und der Flächenneigungskontrast durch den Abschattungskontrast kompensiert werden.

4.4. Holz (Taf. 7; 8)

An einem Holzspan ($8 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$), der bei der Restaurierung einer Holzplastik angefallen war, konnte im REM anhand der Zellwandausbildung als Holzart Stieleiche (*Quercus robur*) identifiziert werden. Noch vorhandene Reste einer Grundierung und Fassung wurden analysiert. Die Grundierung und Fassung enthielten Kreide und Gips mit Zusatz von Bleiweiß und Verunreinigungen durch Schwerspat (BaSO_4). Die Elemente Natrium, Aluminium, Silicium und Schwefel in der Fassung deuten auf Ultramarin als Farbpigment hin. Da Phosphor und Schwefel sowie Calcium sowohl in der Grundierung als auch in der Fassung gefunden wurden, kann angenommen werden, daß sie vom organischen Bindemittel (z. B. Hausenblasenleim) stammen.

Im konventionellen SE-Bild (Taf. 7.2) sind trotz ausreichender Beschichtung mit Kohlenstoff innere Aufladungserscheinungen sichtbar, die durch die schlechte Ableitung tief in das Holz eingedrungener Elektronen (25 kV) verursacht werden.

Die beiden atmosphärischen SE-Abbildungen (Taf. 8) zeigen diesen Effekt nur in abgeschwächter Form (15 kV). Auf Tafel 8.2 sichtbare Grundierungs- und Fassungsreste lassen geringfügig einen Materialkontrast erkennen.

4.5. Textiles Gewebe (Taf. 9-12)

An einem Faden aus dem Leinengewebe des großen Zittauer Fastentuches von 1472 (Taf. 9; 10.1) sollte der gegenwärtige Zustand des Gewebes charakterisiert werden (oberer Rand des 3. Bildes in der 7. Reihe des Tuches). Die mit dem atmosphärischen REM aufgenommenen SE-Abbildungen auf Tafel 11; 12 zeigen, daß der untersuchte Faden keine merklichen Schädigungen im Mikrobereich aufweist. Die sehr feinen Leinenfasern (dünner als $10 \mu\text{m}$) lassen keine Veränderungen der Oberfläche erkennen; sehr kleine - wie aufgestäubt wirkende - Partikel (Taf. 11.1) wurden analytisch als Farbpigmentreste identifiziert, die sich wahrscheinlich nicht ursprünglich dort befanden, sondern erst durch den Farbabrieb während der Nutzung des Fastentuches dorthin gelangt sind. Nur durch das Aufbringen der Malerei ist die ansonsten sehr gleichmäßige Verdrillung der Leinenfasern etwas gestört worden, wie Tafel 12.2 andeutet.

In den Abbildungen (Taf. 11.2; 12.1) tritt der für die atmosphärische REM typische Weglängenkontrast deutlich hervor: Einmal als Aufhellung der abwärtsweisenden Rundung des Fadens (Taf. 11.2) und einmal in seiner ausgeprägtesten Form bei der Abbildung der weit über den den Faden tragenden Probenhalter herausragenden Faserenden (Taf. 12.1), wodurch das Bild wie hintergrundbeleuchtet erscheint.

Die analytische Untersuchung des bemalten Fadenstücks (Taf. 12.2) ergab, daß die schwarze Farbe im wesentlichen aus Mineral- bzw. Schieferschwarz (schwarzes Tonschieferpulver) besteht. Im energiedispersiven Spektrum (Taf. 10.2) sind die für dieses Farbpigment typischen hohen Gehalte an Silicium, Aluminium, Magnesium, Kalium und Natrium, die vom Feldspatanteil im Tonschiefer stammen, repräsentiert. Die Spuren von Blei, die sich auch auf den unbemalten Fadenabschnitten nachweisen lassen, sind wahr-

scheinlich durch die Übertragung von Farbabrieb von der großen roten Fläche (Mennige) im darunterliegenden Bild (Thron des Herodes) zu erklären.

4.6. Knochen (Taf. 13; 14)

Zur Identifizierung von Knochenresten anhand der Anordnung der Gefäßröhren wird die konventionelle REM bereits seit längerer Zeit herangezogen. Probleme bereitet dabei die poröse Struktur des Knochens. Auch wenn die Oberfläche mit großem Aufwand leitfähig bedampft wurde, entstehen im Innern des Materials Aufladungen, weil über die dünnen Materialstege die Elektronen, die tiefer in die Probe eingedrungen sind, nicht abgeleitet werden.

Die mit der konventionellen REM abgebildete Probe (Taf. 14) wurde mit Kohlenstoff aus zwei Quellen gleichzeitig bedampft, wobei die Probe um sich selbst rotierend auf einem Kegelmantel umlief ("rota-cota"). Trotzdem treten bei der Abbildung mit 25 kV Beschleunigungsspannung durch die große Eindringtiefe der PE Aufladungen an den Gefäßrändern auf. Eine Verringerung der Beschleunigungsspannung auf 10 kV verringert auch die Eindringtiefe und damit die Neigung zu Aufladungen (Taf. 13.2). Gleichzeitig wird die Oberfläche detailreicher abgebildet, da der Anteil der durch RE ausgelösten SE geringer ist.

Letzterer Effekt ist auch bei den Abbildungen einer unbedampften Probe im atmosphärischen REM zu beobachten (Taf. 14). Andererseits ist die Kompensation der Aufladungen im atmosphärischen REM so effektiv, daß auch bei einer Beschleunigungsspannung von 25 kV keine aufgeladenen Bereiche in der Abbildung zu sehen sind.

Danksagung

Die Verfasser danken für die Bereitstellung von Proben- und Bildmaterial und für hilfreiche Hinweise den Herren Dr. V. Dudeck (Zittau), J. Freitag (Potsdam), Dr. K.-U. Heußner (Berlin), W. Köhler (Potsdam-Sanssouci) und W. Vormelker (Klingendorf).

Die Untersuchungen mit dem atmosphärischen REM (ESEM-3) wurden vom Bundesministerium für Forschung und Technologie gefördert (Förderkennzeichen 03-KU9FHG-1)

Anmerkungen

- ¹ Riederer 1987
- ² Bei dem von uns verwendeten Mikroskop ESEM-3 der Firma ElectroScan hat die Blendenöffnung einen Durchmesser von ungefähr 0,25 mm und gestattet für Wasserdampfatmosphäre einen maximalen Druck von rd. 30 Torr. Die alternativ einsetzbare Blende von 0,5 mm senkt den Maximaldruck auf 15 Torr.
- ³ Schnarr/Füting/Becker 1994
- ⁴ Schnarr/Füting/Becker 1994

Literaturverzeichnis

- Brümmer, O./Heydenreich, J./Krebs, K.H./Schneider, H.G. 1980
Festkörperanalyse mit Elektronen, Ionen und Röntgenstrahlen - Berlin
Fraunhoferinstitut für Werkstoffmechanik Halle 1991
BMFT-Projekt: Entwicklung der Methode der atmosphärischen Rasterelektronenmikroskopie für die archäometrische Forschung am Beispiel der Fundstücke eines Fürstengrabes - Förderkennzeichen: 03 - KU9FHG - 1
- Reimer, L. 1985
Scanning Electron Microscopy - Berlin/Heidelberg/New York/Tokio
- Riederer, J. 1987
Archäologie und Chemie - Berlin
- Schnarr, H./Füting, M./Becker, M. 1994
Mikroskopische und mikroanalytische Untersuchungen an Fundstücken aus dem Fürstengrab Gommern - Jahresschrift für mitteldeutsche Vorgeschichte 76, Halle (Saale), S. 249-262
- Sujata, K./Jennings, H.M. 1991
Advances in Scanning Electron Microscopy - Material Research Society Bulletin 16, S. 43

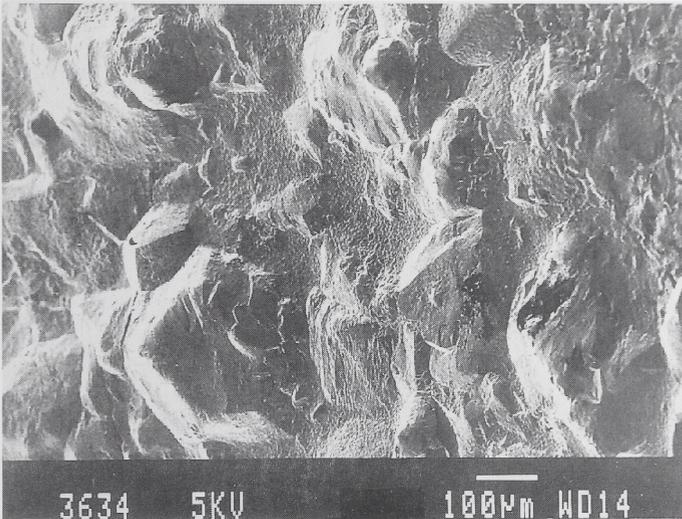
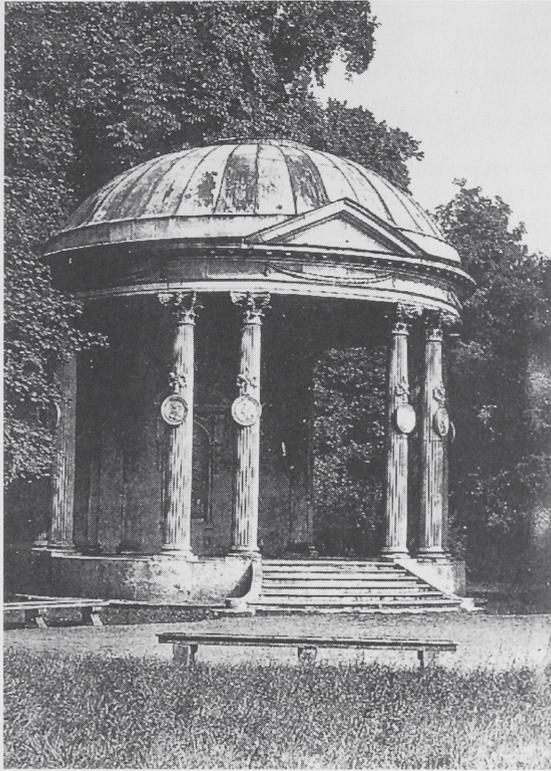
Abkürzungsverzeichnis

ESD	environmental secondary electron detector
ESMA	Elektronenstrahl-Mikroanalyse
KL	Kathodolumineszenz
PE	Primärelektron
RE	Rückstreuelektron
REM	Rasterelektronenmikroskop
SE	Sekundärelektron
SEM	scanning electron microscope
V	Volt

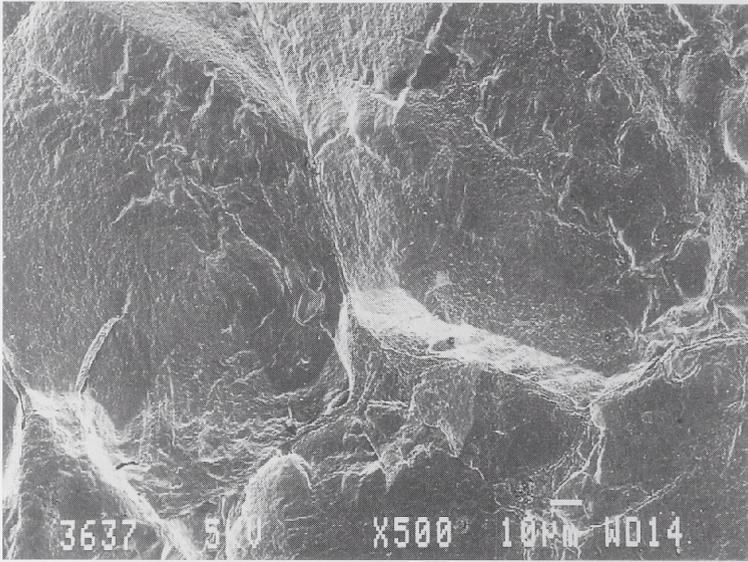
Anschriften

Dr. Manfred Füting, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik Halle, Heideallee 19,
06120 Halle (Saale)

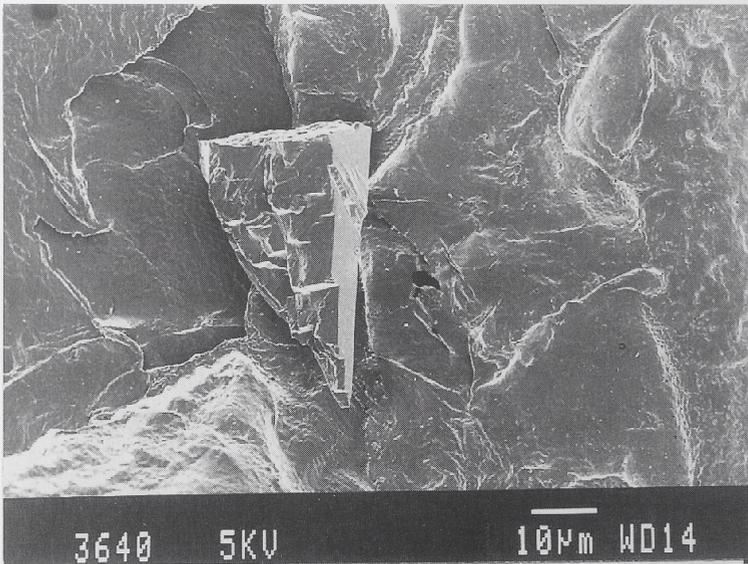
Dipl.-Ing. Holger Schnarr, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik Halle, Heideallee 19,
06120 Halle (Saale)



Tafel 1: Potsdam Sanssouci, Freundschaftstempel (1768–1770), C. v. Gonthard Korinthisches Säulenkapitell, Marmor: Übersicht über den Abdruck



1

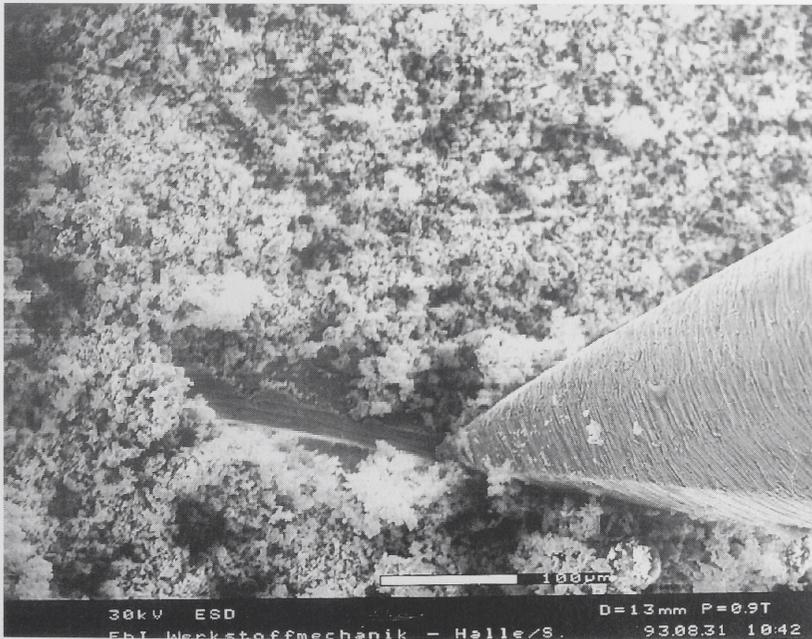


2

Tafel 2: 1- Abdruck der Korngrenzen zwischen den Calcitkristallen;
2 - extrahierter Calcitkristall

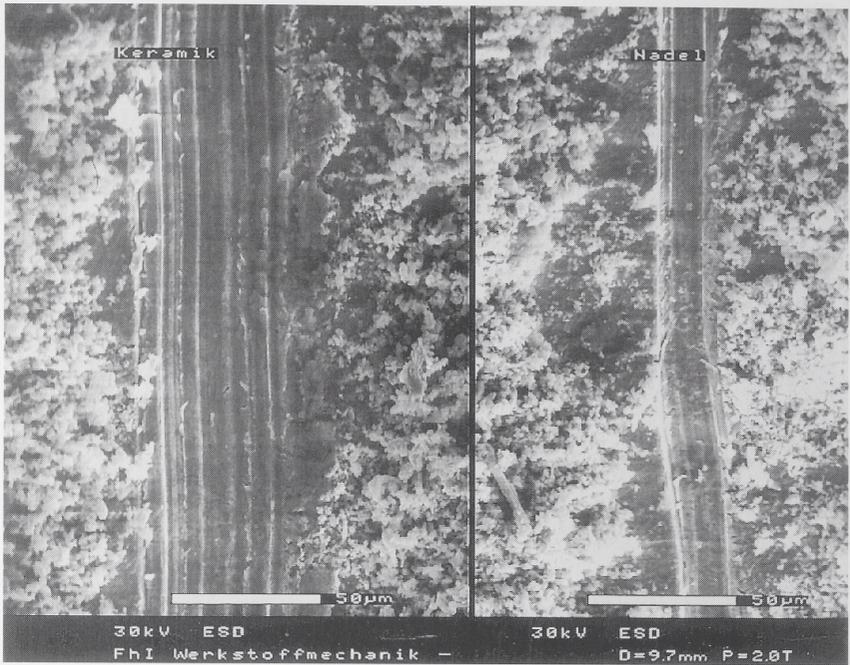


1

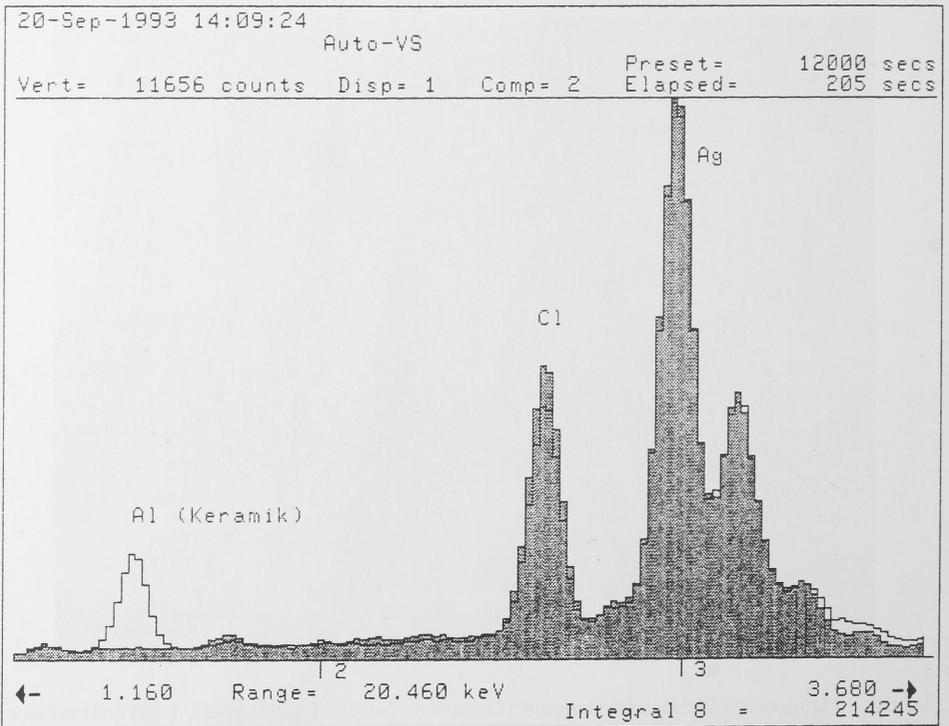


2

Tafel 3: Hemmoorer Eimer, „Fürstengrab“ Gommern. Silberschmiedearbeit. 1 Keramiksubstrat mit Mikroabrieb (Silber und Korrosionsreste); 2 In-situ-Bearbeitung mit einer feinen Nadel zum Freilegen der Silberoberfläche



1

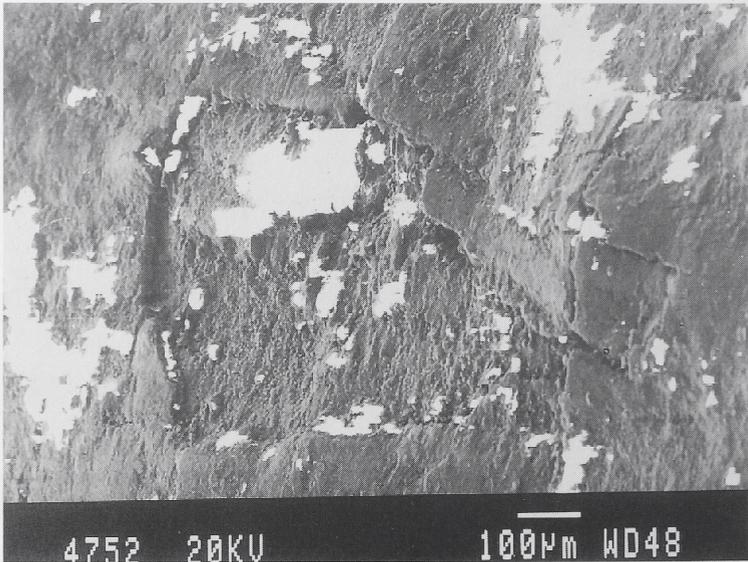
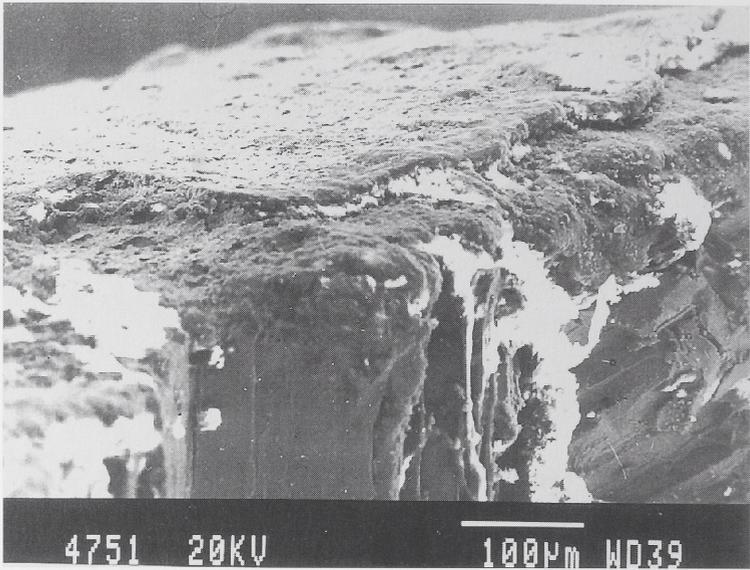


2

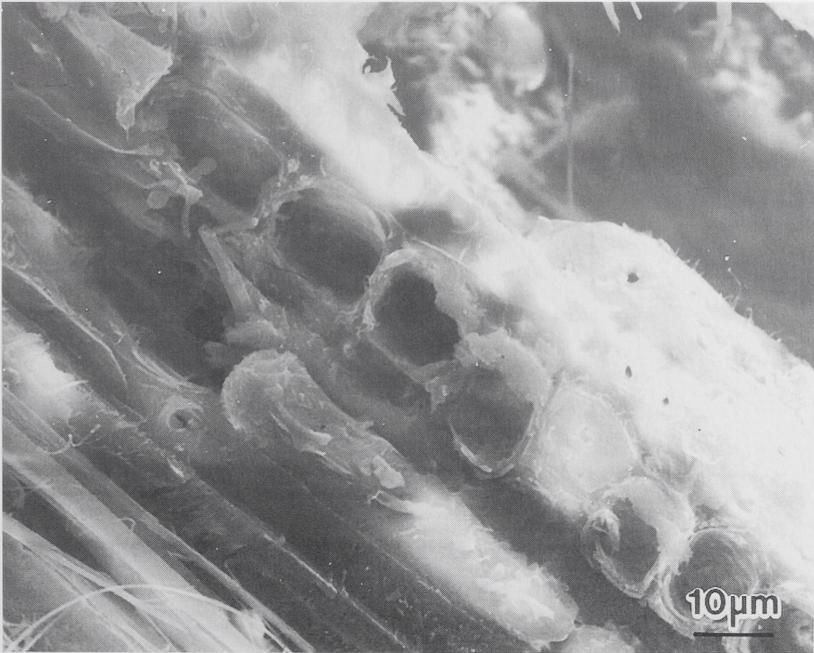
Tafel 4: 1 Vergleich der zurückbleibenden Bearbeitungsspulen bei der Mikroabriehtechnik (links) und der In-situ-Bearbeitung (rechts); 2 Vergleich der Röntgenspektren vom Mikroabrieb und der freigelegten Silberoberfläche



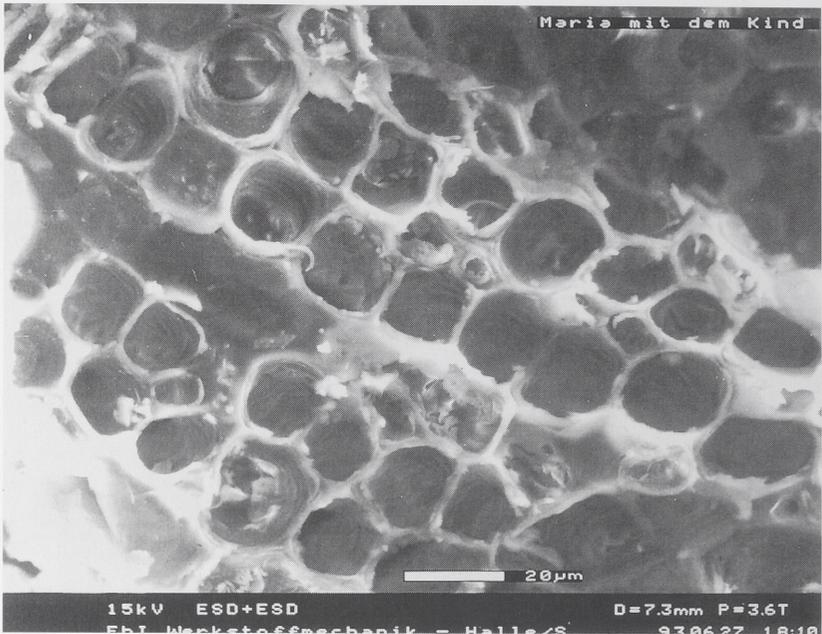
Tafel 5: Berlin, Französischer Dom, verkleinertes Modell vom Reiterstandbild „Der Große Kurfürst“ von A. Schlüter (1696–1700); August Kiß (um 1850), gegossen von der Firma Gladenbeck. Zinkfuß mit Metallfärbung



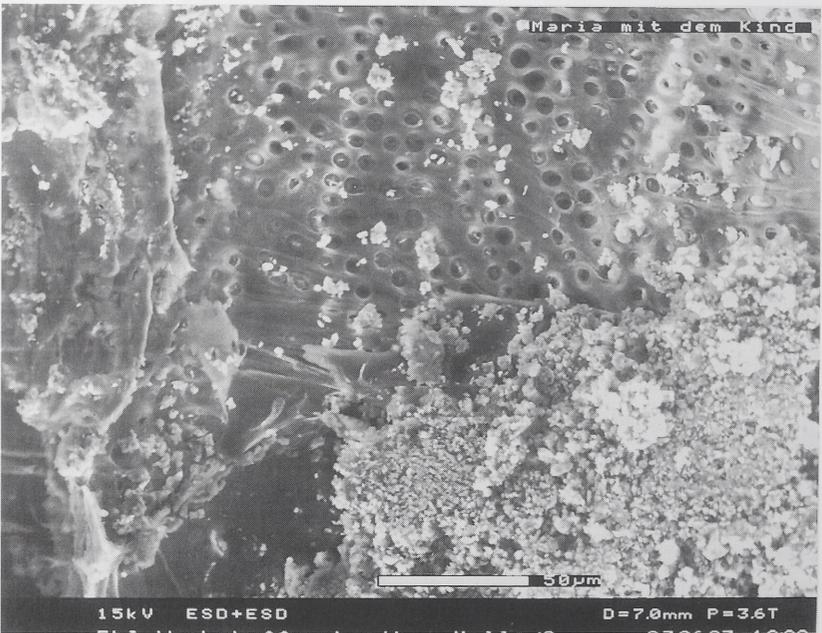
Tafel 6: Konventionelle REM, SE-Abb. einer unbeschichteten Materialprobe



Tafel 7: Neubrandenburg, Historisches Stadtmuseum. Gefaßte Holzplastik (*Quercus robur*) (um 1500), konventionelle REM, SE-Abb. einer Spaltfläche, kohlebedampft

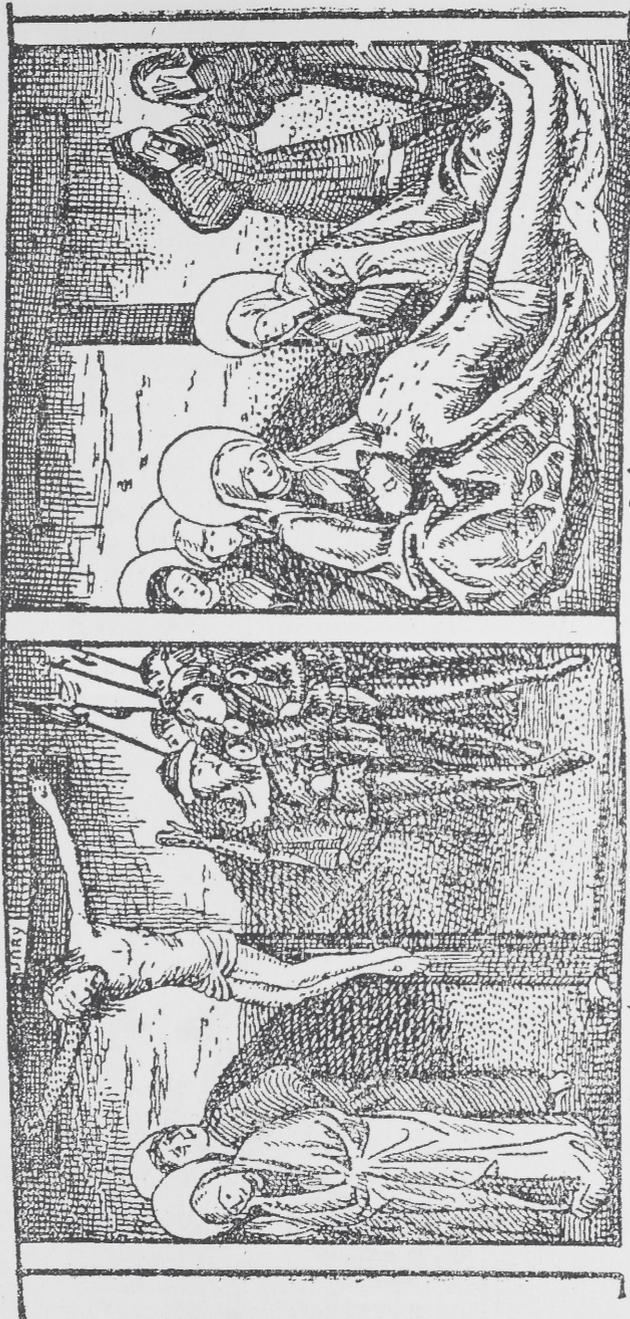


1



2

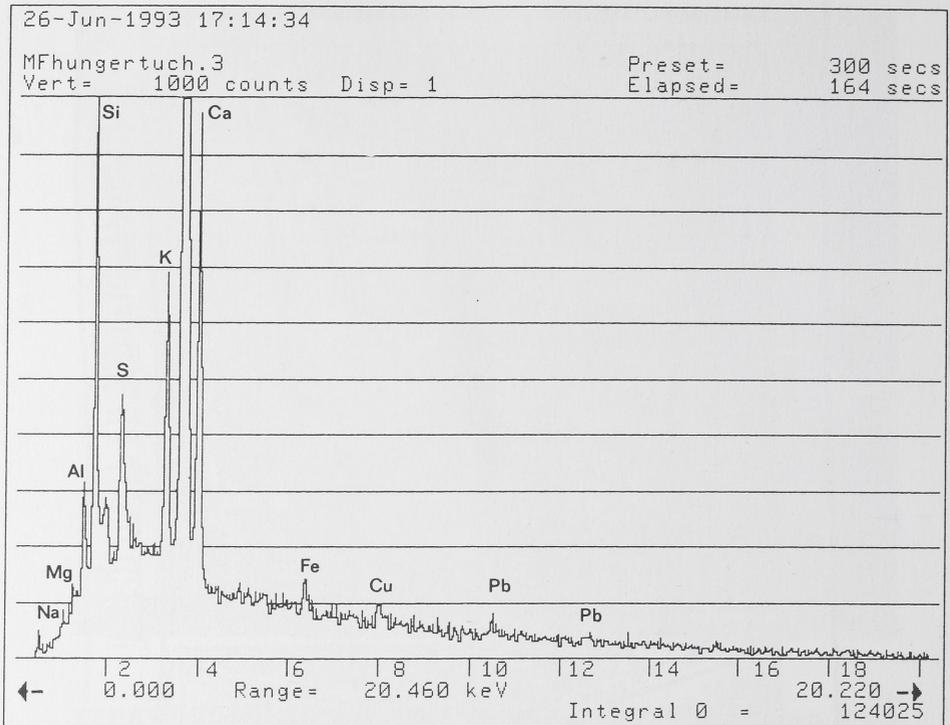
Tafel 8: 1 atmosphärische REM, SE-Abb., unbeschichtete Probe, Holzstruktur und Reste der Fassung; 2 atmosphärische REM, SE-Abb., unbeschichtete Probe, Holzstruktur



Donemū ty en von dem kreuz ab

Der dinstag vor dy dymet seyn

Tafel 9: Zittau, Stadtmuseum. Das große Zittauer Fastentuch aus der Johanniskirche (1472), Temperamalerei auf Leinen (umgez. Ausschnitt 9. Reihe, Bild 8 und 9)

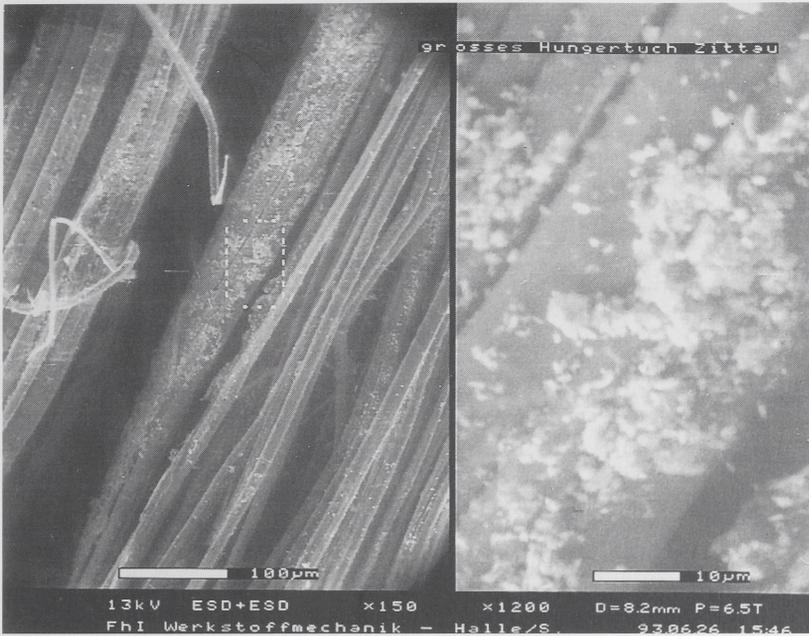


1

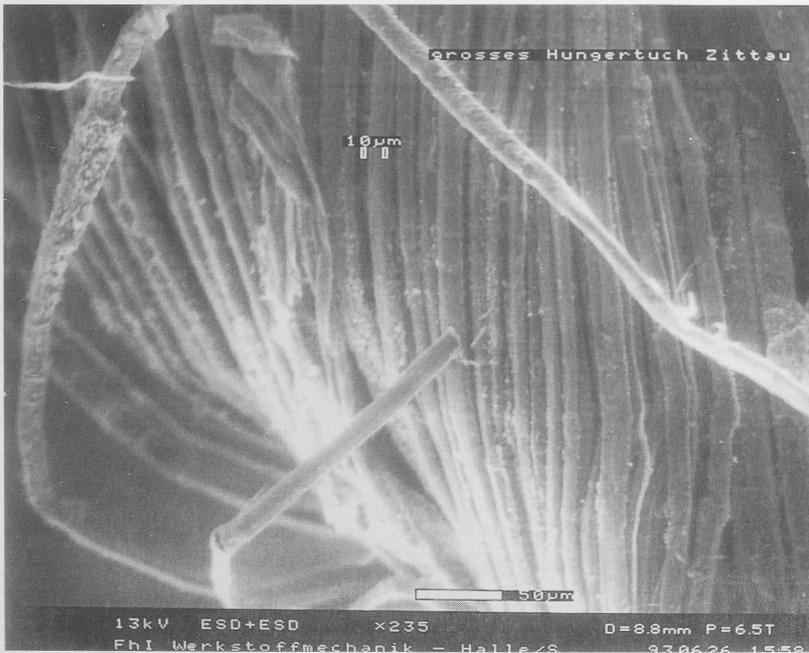


2

Tafel 10: 1 energiedispersives Röntgenspektrum der schwarzen Farbpigmente;
 2 Ausschnitt aus dem Fastentuch



1



2

Tafel 11: 1 atmosphärische REM, SE-Abb. der Leinenfasern eines Fadens, im Ausschnitt Farbreste; 2 wie 1, Rundung des Fadens

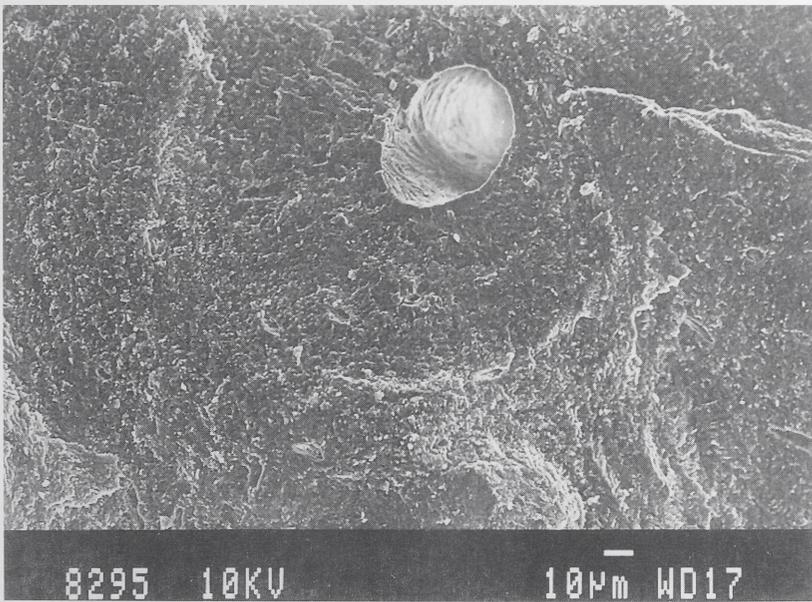


1

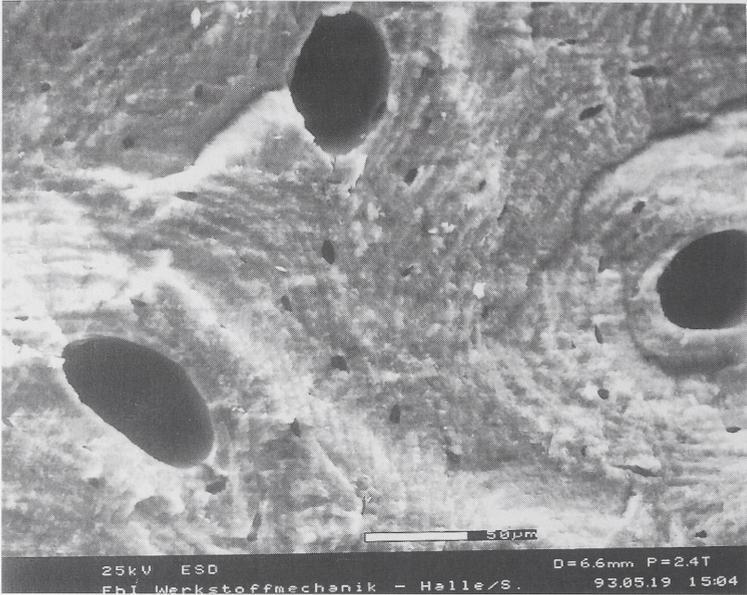


2

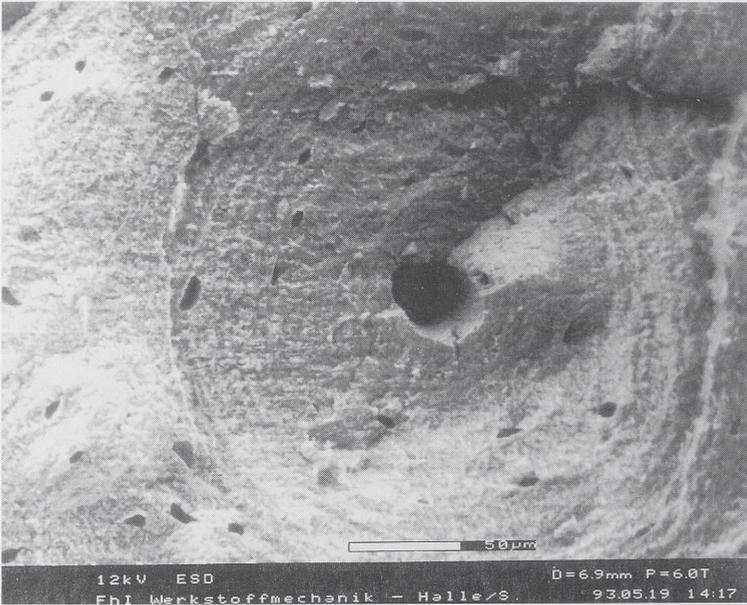
Tafel 12: 1 wie 11.1, einzelne Leinenfaserenden, freitragend;
2 wie 11.1, bemaltes Stück des Leinenfadens



Tafel 13: Reste menschlicher Knochen aus einer bronzezeitlichen Feuerbestattung. 1 konventionelle REM, SE-Abb. mit 25 kV; 2 konventionelle REM, SE-Abb. mit 10 kV



1



2

Tafel 14: 1 atmosphärische REM, SE-Abb. mit 25 kV (bei 2,4 Torr);
2 atmosphärische REM, SE-Abb. mit 12 kV (bei 6 Torr)