

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21) Anmeldenummer: A 50783/2020 (51) Int. Cl.: **G01N 23/2208** (2018.01)  
(22) Anmeldetag: 16.09.2020 **G01N 23/2209** (2018.01)  
(43) Veröffentlicht am: 15.04.2022 **G01N 23/2251** (2018.01)  
**G01N 23/2252** (2018.01)

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>(56) Entgegenhaltungen:</p> <p>P. Hovington et al., "Can We Detect Li K X-ray in Lithium Compounds Using Energy Dispersive Spectroscopy?", Scanning, Vol. 38, pp. 571–578, (Veröffentlicht am 3 Februar 2016), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: &lt;<a href="https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/sca.21302">https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/sca.21302</a>&gt;</p> <p>L. Xiaobing et al., "Detection of Lithium X-rays by EDS", Microscopy and Microanalysis, Volume 19, Issue S2: Proceedings of Microscopy &amp; Microanalysis 2013, pp. 1136 - 1137, (Online veröffentlicht am 09. Oktober 2013) [ermittelt online am 22.07.2021], URL: &lt;<a href="https://doi.org/10.1017/S1431927613007678">https://doi.org/10.1017/S1431927613007678</a>&gt;</p> <p>S. Burgess et al., "High spatial resolution energy dispersive X-ray spectrometry in the SEM and the detection of light elements including lithium", Microscopy and Analysis, 27(4) (Veröffentlicht im Mai 2013), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: &lt;<a href="https://analyticalscience.wiley.com/doi/10.1002/micro.620/full/">https://analyticalscience.wiley.com/doi/10.1002/micro.620/full/</a>&gt;</p> <p>S. Bessette et al., "Nanoscale Lithium Quantification in LiXNi<sub>y</sub>CowMnZnO<sub>2</sub> as Cathode for Rechargeable Batteries", Scientific Reports 8, Article number 17575 (Veröffentlicht online am 04. Dezember 2018), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: &lt;<a href="https://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-33608-3">https://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-33608-3</a>&gt;</p> | <p>(71) Patentanmelder:<br/>LKR Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen GmbH<br/>5282 Braunau am Inn - Ranshofen (AT)</p> <p>(72) Erfinder:<br/>ÖSTERREICHER Johannes Dr.<br/>5230 Mattighofen (AT)</p> <p>(74) Vertreter:<br/>WIRNSBERGER &amp; LERCHBAUM<br/>Patentanwälte OG<br/>8700 Leoben (AT)</p> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

(54) **Computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines Bestimmungselementes kleiner Ordnungszahl, insbesondere eines Li-Anteiles, und Vorrichtung zur Datenverarbeitung hierzu**

(57) Die Erfindung betrifft ein computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines Bestimmungselementes insbesondere mit kleiner Ordnungszahl, im Speziellen von Lithium, eines Untersuchungsbereiches einer mit Primärelektronen beschossenen Probe, wobei ein mit einem Rückstreuielektronendetektor aufgenommenes Rückstreuielektronensignal, bevorzugt ein Rückstreuielektronenbild, sowie eine mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, ermittelte Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches erhalten sind. Erfindungsgemäß ist eine praktikable quantitative Bestimmung erreichbar, wenn ein aus dem

Rückstreuielektronensignal ermittelter Messgrauwert SM mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung kombiniert wird, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen.

Weiter betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Datenverarbeitung sowie ein Computerprodukt zur Ausführung des Verfahrens.

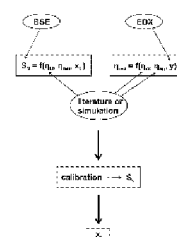


Fig. 1

## Zusammenfassung

- Die Erfindung betrifft ein computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines Bestimmungselementes insbesondere mit kleiner Ordnungszahl,
- 5 im Speziellen von Lithium, eines Untersuchungsbereiches einer mit Primärelektronen beschossenen Probe, wobei ein mit einem Rückstreuelektronendetektor aufgenommenes Rückstreuelektronensignal, bevorzugt ein Rückstreuelektronenbild, sowie eine mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, ermittelte Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches erhalten sind.
- 10 Erfindungsgemäß ist eine praktikable quantitative Bestimmung erreichbar, wenn ein aus dem Rückstreuelektronensignal ermittelter Messgrauwert  $S_M$  mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung kombiniert wird, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen.
- 15 Weiter betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Datenverarbeitung sowie ein Computerprodukt zur Ausführung des Verfahrens.

Fig. 1

**Computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines  
Bestimmungselementes kleiner Ordnungszahl, insbesondere eines Li-Anteiles, und  
Vorrichtung zur Datenverarbeitung hierzu**

- 5 Die Erfindung betrifft ein computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines  
Elementanteiles eines Bestimmungselementes insbesondere mit kleiner Ordnungszahl,  
im Speziellen von Lithium, eines Untersuchungsbereiches einer mit Primärelektronen  
beschossenen Probe, wobei ein mit einem Rückstreuelektronendetektor aufgenommenes  
Rückstreuelektronensignal, bevorzugt ein Rückstreuelektronenbild, sowie eine mit einem  
10 Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, ermittelte  
Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches erhalten sind.

Weiter betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Datenverarbeitung.

- 15 Darüber hinaus betrifft die Erfindung ein Computerprogrammprodukt.

- Aus dem Stand der Technik ist bekannt, dass mittels Elektronenmikroskopie sowohl eine  
Topografie als auch eine Elementzusammensetzung eines Untersuchungsbereiches einer  
Probe ermittelt werden können. Hierzu werden üblicherweise mit einer Elektronenkanone  
20 Primärelektronen auf den Untersuchungsbereich geschossen und anschließend mit einem  
Sekundärelektronendetektor inelastisch gestreute Elektronen, mit einem  
Rückstreuelektronendetektor (BSE-Detektor – back scattered electron detector) elastisch  
gestreute Elektronen und/oder mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, üblicherweise  
einem EDX-Detektor (energy dispersive X-ray spectroscopy detector) oder einem WDX-  
25 Detektor (wavelength dispersive X-ray spectroscopy detector), emittierte  
Röntgenstrahlung detektiert. Durch ortsabhängige Darstellung kann basierend auf den  
detektierten Sekundärelektronen ein Grauwertbild einer Probenoberfläche des  
Untersuchungsbereiches erzeugt werden, welches geeignet ist, eine Topografie der  
Probenoberfläche zu repräsentieren, basierend auf den detektierten Rückstreuelektronen  
30 (BSE) ein Grauwertbild der Probenoberfläche erzeugt werden, welches geeignet ist, eine  
räumliche Verteilung von Elementen der Probenoberfläche darzustellen, und basierend  
auf der detektierten Röntgenstrahlung eine Elementzusammensetzung der  
Probenoberfläche bestimmt werden.

Eine Darstellung der räumlichen Elementverteilung mittels des Rückstreuelektronendetektors basiert in der Regel darauf, dass eine Ausbeute von Rückstreuelektronen von einer mittleren Kernladungszahl des Untersuchungsbereiches abhängt. Je höher die mittlere Kernladungszahl, desto höher ist eine Ausbeute von Rückstreuelektronen und umso heller ist ein entsprechender Grauwert im Grauwertbild.

Eine Bestimmung der Elementzusammensetzung mittels EDX basiert in der Regel darauf, dass detektierte Röntgenstrahlung energieabhängig dargestellt und charakteristische Röntgenstrahlungsspeaks elementspezifisch zugeordnet werden. Hierbei ergibt sich in der Regel die Schwierigkeit, dass Elemente niedriger Ordnungszahl, meist Elemente mit einer Ordnungszahl kleiner fünf, also Elemente mit einer Ordnungszahl kleiner als jener von Bor, nicht mehr nachgewiesen werden können. Eine quantitative Analyse ist häufig erst für höhere Ordnungszahlen, häufig ab Ordnungszahl 7, durchführbar. Dies erklärt sich dadurch, dass charakteristische Röntgenstrahlung solcher Elemente mit kleiner Ordnungszahl sehr niederenergetisch ist und häufig sowohl in der Probe selbst als auch in Fenstern von Röntgenstrahlungsdetektoren absorbiert wird. Im Speziellen kann durch einen Einsatz von fensterlosen Röntgenstrahlungsdetektoren eine Nachweisgrenze zu niedrigeren Ordnungszahlen hin ausgedehnt werden, wobei in der Regel erzielbare Nachweisgrenzen höher als 20 Gew.-% bis 30 Gew.-% liegen. Ein Nachweis und insbesondere eine quantitative Bestimmung von Elementen niedriger Ordnungszahlen zeigt sich jedoch als grundsätzlich problematisch. Dies gilt im Besonderen für Elemente wie Lithium oder Beryllium.

Hier setzt die Erfindung an. Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs genannten Art anzugeben, mit welchem eine quantitative Bestimmung eines Bestimmungselementes, insbesondere eines Bestimmungselementes mit kleiner Ordnungszahl, praktikabel ermöglicht ist.

Weiter ist es ein Ziel, eine Vorrichtung der eingangs genannten Art anzugeben, mit welcher eine quantitative Bestimmung eines Bestimmungselementes, insbesondere eines Bestimmungselementes mit kleiner Ordnungszahl, praktikabel ermöglicht ist.

Zudem ist es ein Ziel, ein Computerprogrammprodukt der eingangs genannten Art anzugeben, mit welchem eine quantitative Bestimmung eines Bestimmungselementes,

insbesondere eines Bestimmungselementes mit kleiner Ordnungszahl, praktikabel ermöglicht ist.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren der eingangs genannten Art  
 5 gelöst, wenn ein aus dem Rückstreuelektronensignal, insbesondere Rückstreuelektronenbild, ermittelter Messgrauwert mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung kombiniert wird, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen.

10 Grundlage der Erfindung ist die Idee, eine Ordnungszahlabhängigkeit einer Ausbeute bzw. von Rückstreukoeffizienten von Rückstreuelektronen zu nutzen, um eine fehlende Nachweisempfindlichkeit der Röntgenspektroskopie auszugleichen. Der Grauwert eines Rückstreuelektronenbildes bzw. eines oder mehrere dessen Pixel, auch als Messgrauwert bezeichnet, ist eine Funktion der mittleren Ordnungszahl des Untersuchungsbereiches  
 15 der Probe. Elemente mit niedriger Ordnungszahl, wie beispielsweise Lithium oder Beryllium, verringern den Grauwert im Rückstreuelektronenbild im Vergleich zu einem Grauwertbild, in welchem diese Elemente nicht berücksichtigt sind. Indem die Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches, also die mittels Röntgenspektroskopie ermittelte Elementzusammensetzung des  
 20 Untersuchungsbereiches, mit dem Grauwert kombiniert wird, ist es ermöglicht, Elemente bzw. deren Anteile zu bestimmen, welche nicht oder nur marginal von der Spektroskopieelementzusammensetzung repräsentiert werden. Damit können im Besonderen Bestimmungselemente kleiner Ordnungszahl, insbesondere Bestimmungselemente mit einer Ordnungszahl kleiner als fünf, bevorzugt etwa Lithium  
 25 oder Beryllium, quantitativ bzw. anteilmäßig bestimmt werden. Dies ermöglicht eine einfache und praktikable Bestimmung eines oder mehrerer ansonsten gar nicht oder nur aufwendig ermittelbarer Bestimmungselementanteile.

Es versteht sich, dass fachüblich und entsprechend in diesem Dokument Grauwert bzw.  
 30 Messgrauwert als Synonym für einen Helligkeitwert bzw. Intensitätswert verwendet wird, welcher eine Helligkeit bzw. Intensität eines Messsignals bzw. des Rückstreuelektronensignals, in der Regel eines oder mehrerer Pixel eines Bildes, bezeichnet. Die Bezeichnung Grauwert ist im Besonderen unabhängig von einer bestimmten Farbgebung zu sehen und kann grundsätzlich mit beliebigen Farben

kombiniert sein. Ein Grauwert kann dabei ein mittlerer bzw. gemittelter Grauwert mehrerer anderer Grauwerte sein. In der Regel ist zwar vorgesehen, dass mit dem vom Rückstreuelektronendetektor aufgenommenen Rückstreuelektronensignal ein Rückstreuelektronenbild erzeugt wird, weshalb eine Intensität des

- 5 Rückstreuelektronensignals üblicherweise als Grauwert bzw. Messgrauwert bezeichnet wird. Die Erzeugung eines Rückstreuelektronenbildes mit bzw. aus dem Rückstreuelektronensignal ist jedoch nicht zwingend erforderlich. Das Rückstreuelektronensignal bzw. dessen Messgrauwert kann beispielsweise alternativ oder kumulativ zur Messung von einzelnen Punkten oder Linien des
- 10 Untersuchungsbereiches genutzt werden.

Praktikabel ist es, wenn eine Kombination zwischen Messgrauwert und den Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung mit Rückstreukoeffizienten der Elementanteile erfolgt. Üblicherweise bezeichnet

- 15 Rückstreukoeffizient fachüblich ein Verhältnis von zwischen einem Oberflächenbereich bzw. Untersuchungsbereich ausgehenden Rückstreuelektronen und auf die Oberfläche auftreffenden Primärelektronen. Rückstreukoeffizienten können aus der Literatur entnommen werden und/oder simuliert und/oder mit Kalibrationsmessungen ermittelt werden. Ein Grauwert  $S$  eines Rückstreuelektronensignals bzw.
- 20 Rückstreuelektronenbildes korreliert mit dem Rückstreukoeffizienten  $\eta$ , insbesondere einem mittleren bzw. gemittelten Rückstreukoeffizienten  $\bar{\eta}$ . Der Rückstreukoeffizient ist dabei eine Funktion der Ordnungszahl  $Z$ . Entsprechend kann für Mischungen von Elementen der mittlere Rückstreukoeffizient  $\bar{\eta}$  zum Beispiel als:

$$\bar{\eta} = \sum_{i=1}^n c_i \eta_i$$

- 25 angegeben werden, wobei  $c_i$  einen Gewichtsanteil und  $\eta_i$  einen Rückstreukoeffizienten für ein Element  $i$  bezeichnet. Basierend auf bekannten elementspezifischen Rückstreukoeffizienten ist somit eine Zuordnung zu Grauwerten eines Rückstreuelektronensignals bzw. Rückstreuelektronenbildes durchführbar bzw. können Grauwertbeiträge von Elementen zu einem solchen Grauwert kumuliert werden.
- 30 Zweckmäßig kann somit ein jeweiliger Rückstreukoeffizient eines Elementes der Spektroskopieelementzusammensetzung verwendet werden, um eine Kombination zwischen dem Messgrauwert und der Spektroskopieelementzusammensetzung bzw. der Elementanteile deren Elemente umzusetzen.

Praktisch ist es, wenn mit den Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung ein Vergleichsgrauwert berechnet wird und mit einem Vergleich bzw. einer Kombination, insbesondere einer Differenz, von Messgrauwert und Vergleichsgrauwert ein Anteil des Bestimmungselementes bestimmt wird. Indem  
5 einerseits aus dem Rückstreuelektronensignal ein Messgrauwert und andererseits mit mittels Röntgenspektroskopie ermittelten Elementanteilen ein Vergleichsgrauwert berechnet wird, kann auf einfache Weise aus einem Vergleich dieser ein Anteil des Bestimmungselementes bestimmt werden, welcher in der Spektroskopieelementzusammensetzung bzw. Elementanteilen dieser nicht oder nur  
10 marginal ausgeprägt vorhanden ist bzw. nicht von dieser repräsentiert wird.

Für eine hohe Praktikabilität hat es sich bewährt, wenn der Vergleich von Messgrauwert und Vergleichsgrauwert mit einer Differenz dieser umgesetzt wird. Kumulativ oder alternativ können diese aber auch mit einer Anteilsbildung bzw. Verhältnisbildung oder  
15 einer sonstigen fachüblichen mathematischen Vergleichsmethode bzw. Kombinationsmethode in Zusammenhang gesetzt werden.

Zweckmäßig ist es, wenn der Vergleichsgrauwert mit jeweiligen Rückstreukoeffizienten der Elementanteile der Spektroskopieelementzusammensetzung ermittelt wird. Dies  
20 ermöglicht eine besonders praktikable Berechnung des Vergleichsgrauwertes.

Üblicherweise ist der Messgrauwert ein mittlerer bzw. gemittelter Messgrauwert und gegebenenfalls der Vergleichsgrauwert ein mittlerer bzw. gemittelter Vergleichsgrauwert. Eine Mittelung erfolgt dabei in der Regel über den Untersuchungsbereich und/oder die  
25 detektierten Elemente.

Für eine hohe Genauigkeit ist es günstig, wenn eine oder mehrere Kalibrationsproben mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen sind bzw. werden, um bestimmten Elementen bzw. Elementanteilen bzw. Elementzusammensetzungen bestimmte  
30 Grauwerte, insbesondere Grauwertbeiträge, zuzuordnen. Damit kann ein Zusammenhang und damit die Kombination zwischen Messgrauwert und Spektroskopieelementzusammensetzung präzisiert werden. Insbesondere können damit der Vergleichsgrauwert und/oder Rückstreukoeffizienten praktikabel ermittelt werden. Vorteilhaft können auf diese Weise messsystemabhängige Einflüsse berücksichtigt

werden. Es versteht sich, dass die den Elementen bzw. Elementzusammensetzungen zugeordneten Grauwerte in der Regel mittlere bzw. gemittelte Grauwerte sind. Als Kalibrationsproben, auch als Kalibrationsstandards bezeichnet, werden üblicherweise Proben mit bekannter Zusammensetzung, insbesondere einelementige

- 5 Kalibrationsproben, in der Regel mit möglichst hoher Reinheit, verwendet. Damit ist ein korrelativer Zusammenhang zwischen bestimmten Elementen bzw. Elementzusammensetzungen und dem Vergleichsgrauwert bzw. einem Beitrag zu diesem einfach herstellbar.

- 10 In analoger Weise ist es entsprechen von Vorteil, wenn zumindest eine mit bzw. aus dem Bestimmungselement gebildete Kalibrationsprobe mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen ist bzw. wird, um dem Bestimmungselement bzw. einem Bestimmungselementanteil einen Grauwert, insbesondere Grauwertbeitrag, zuzuordnen. Damit kann der Anteil des Bestimmungselementes besonders präzise bestimmt werden.
- 15 Dies ermöglicht eine präzisierte Kombination zwischen Messgrauwert und Spektroskopieelementzusammensetzung. Insbesondere kann damit ein zugehöriger Rückstreuoeffizient, insbesondere unter Berücksichtigung von messsystemabhängigen Einflüssen, praktikabel ermittelt werden. Es versteht sich, dass es sich dabei in der Regel um einen mittleren Grauwert bzw. Grauwertbeitrag handelt. Alternativ oder kumulativ kann
- 20 es günstig sein, wenn eine Zuordnung eines Grauwertes bzw. Grauwertbeitrags zu einem Bestimmungselementanteil mittels Simulation, insbesondere Monte-Carlo-Simulation, durchgeführt wird.

- Bei einer Vermessung von vorgenannten Kalibrationsproben wird in der Regel ein
- 25 Grauwert  $S$  als Funktion einer Ordnungszahl  $Z$ , also  $S$  über  $Z$ , ermittelt bzw. eine entsprechende Kalibrationskurve gebildet. Hierbei können nicht-lineare Zusammenhänge entstehen, welche eine Kalibration erschweren. Günstig ist es, wenn bei einer solchen Kalibration bzw. Vermessen von Kalibrationsproben ein Verhältnis von Grauwert  $S$  und Rückstreuoeffizient  $\eta$  als Funktion der Ordnungszahl  $Z$ , also  $\left(\frac{S}{\eta}\right)$  über  $Z$ , ermittelt wird.
- 30 Damit kann die Kalibration vereinfacht und vorteilhaft eine hohe Präzision bei einer Auswertung des Bestimmungselementes gewährleistet werden.

Bewährt hat es sich, wenn der Rückstreuelektronendetektor bei einer Vermessung einer der vorgenannten Kalibrationsproben derart betrieben wird, dass Kontrast und/oder



Helligkeit des ermittelten Grauwertes in einem Bereich von 20 % bis 80 %, insbesondere 30 % bis 70 %, bevorzugt 40 % bis 60 %, eines maximalen Kontrastwertes bzw. Helligkeitswertes eines zugehörigen Grauwertspektrums liegen. Dies kann meist mit den Betriebsparametern des Rückstreuelektronendetektors eingestellt werden.

5

Üblicherweise ist vorgesehen, dass der Untersuchungsbereich der Probe mit einem Primärelektronenstrahl beschossen wird und mit einem Rückstreuelektronendetektor vom Untersuchungsbereich rückgestreute Elektronen detektiert werden, um das Rückstreuelektronensignal bzw. Rückstreuelektronenbild aufzunehmen, und vom

- 10 Untersuchungsbereich emittierte Röntgenstrahlen mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor und/oder einem WDX-Detektor, detektiert werden, um die Spektroskopieelementzusammensetzung zu ermitteln. Dies ermöglicht eine praktikable Messung, insbesondere mit einem Standardverfahren wie beispielsweise Elektronenmikroskopie, im Besonderen Rasterelektronenmikroskopie oder
- 15 Transmissionselektronenmikroskopie. Eine Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor und eine Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor können zeitparallel oder zeitlich nacheinander erfolgen.

- Günstig ist es, wenn eine Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor und eine
- 20 Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor im Wesentlichen zeitparallel durchgeführt wird. Dies ermöglicht eine fehlerarme Messung und entsprechend vorteilhaft eine präzise Bestimmung des Bestimmungselementanteiles.

- Grundsätzlich kann eine Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor und eine
- 25 Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor bei gleichen oder unterschiedlichen Primärelektronenstrahlspannungen zur Beschleunigung der Primärelektronen durchgeführt werden. Rückstreuelektronen und Röntgenstrahlen weisen in der Regel unterschiedliche Interaktionsvolumen auf, also unterschiedliche Volumenbereiche der Probe aus welchen die Rückstreuelektronen bzw. Röntgenstrahlen emittiert werden. In
- 30 der Regel ist das Interaktionsvolumen der Röntgenstrahlung dabei größer als jenes der Rückstreuelektronen. Um diese auszugleichen ist es zweckmäßig, wenn eine Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor und eine Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor bei unterschiedlichen Primärelektronenstrahlspannungen zur Beschleunigung der Primärelektronen durchgeführt wird. In der Regel wird die

Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor bei einer höheren Primärelektronenstrahlspannung als die Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor durchgeführt. Bewährt hat es sich, wenn die jeweilige Primärelektronenstrahlspannung so gewählt wird, dass eine Interaktionsvolumentiefe des Interaktionsvolumens bei einer

5 Detektion mit dem Rückstreuelektronendetektor und eine Interaktionsvolumentiefe des Interaktionsvolumens bei einer Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor für zumindest ein 70. Perzentile, insbesondere zumindest ein 80. Perzentile, bevorzugt zumindest ein 90. Perzentile, besonders bevorzugt zumindest ein 95. Perzentile, der jeweiligen Interaktionsvolumentiefe im Wesentlichen gleich groß sind. In der Regel

10 können die Messungen dann zwar nicht zeitparallel durchgeführt werden, allerdings ermöglicht eine Abstimmung der Interaktionsvolumina vorteilhaft eine besonders hohe Genauigkeit bei der Bestimmung des Anteiles des Bestimmungselementes. Günstig kann es sein, wenn die jeweiligen Primärelektronenstrahlspannungen mittels Simulation, insbesondere einer Monte-Carlo-Simulation, ermittelt wird. Dadurch können die

15 Interaktionsvolumen besonders gut aufeinander abgestimmt werden. Im speziellen Fall, dass eine zu untersuchende Materialstruktur größer ist als ein Interaktionsvolumen bei einer Detektion mit dem Röntgenspektroskopiedetektor, können in der Regel etwa gleich große Primärelektronenstrahlspannungen verwendet werden.

- 20 Von Vorteil ist es, wenn das Verfahren ausgebildet ist, um einen Anteil von Lithium oder Beryllium zu bestimmen bzw. dieses als Bestimmungselement vorgesehen ist. Durch eine Kombination bzw. einen Vergleich von Messgrauwert und Spektroskopieelementzusammensetzung bzw. insbesondere Vergleichsgrauwert können diese Elemente bzw. deren Anteile praktikabel und aufwandsarm, insbesondere im
- 25 Rahmen einer elektronenmikroskopischen Untersuchung, bestimmt werden. Besonders gilt dies für Lithium, welches mit fachüblichen Methoden nur unter großem Aufwand insbesondere quantitativ bestimmbar ist.

- Bewährt hat es sich, wenn der Anteil  $x$  des Bestimmungselementes berechnet wird, indem
- 30 eine Differenz von Messgrauwert  $S_M$  und Vergleichsgrauwert  $S_V$  in ein Verhältnis zum Vergleichsgrauwert gesetzt wird, also:  $x = \frac{S_M - S_V}{S_V}$ . Eine besonders hohe Präzision ist erreichbar, wenn außerdem noch ein elementspezifischer Bestimmungselementgrauwert  $S_B$  berücksichtigt wird, indem die Differenz von Messgrauwert  $S_M$  und Vergleichsgrauwert  $S_V$  in ein Verhältnis zu einer Differenz des Bestimmungselementgrauwertes und des

Vergleichsgrauwertes gesetzt wird, also:  $x = \frac{s_M - s_V}{s_B - s_V}$ . Der Bestimmungselementgrauwert kann mittels vorgenannter Kalibration und/oder einer Simulation, insbesondere einer Monte-Carlo-Simulation bestimmt werden. Häufig ist es jedoch ausreichend, wenn dieser näherungsweise mit Null angenommen wird. Üblicherweise sind dabei der Messgrauwert  
 5 bzw. Vergleichsgrauwert bzw. Bestimmungselementgrauwert als gemittelte Werte angegeben.

Günstig ist es, wenn eine Verteilung des Bestimmungselementes entlang einer Fläche der Probe bzw. des Untersuchungsbereiches angegeben bzw. dargestellt wird. Im  
 10 Besonderen kann dadurch, insbesondere iterativ, der Untersuchungsbereich bzw. dessen Erstreckung angepasst werden, um eine Präzision der Messung bzw. Bestimmungselementermittlung zu erhöhen. Bevorzug kann dies im Rahmen eines Element-Mappings erfolgen.

15 Das Ziel wird erfindungsgemäß mit einer Vorrichtung zur Datenverarbeitung der eingangs genannten Art erreicht, wenn die Vorrichtung Mittel, wie zumindest einen Prozessor, umfasst, welche angepasst sind, das Verfahren nach einem vorgenannten Verfahren auszuführen, insbesondere auf beschriebenen Weise eine Kombination zwischen aus dem Rückstreuelektronen ermitteltem Messgrauwert und  
 20 Spektroskopieelementzusammensetzung durchzuführen, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen. bzw. im Besonderen einerseits aus dem Rückstreuelektronensignal, insbesondere Rückstreuelektronenbild, einen Messgrauwert zu berechnen und andererseits mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung einen Vergleichsgrauwert zu berechnen und  
 25 danach mit einem Vergleich von Messgrauwert und Vergleichsgrauwert einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen. Analog vorgenannten Vorteilen und Wirkungen kann auf diese Weise eine praktikable Bestimmung eines Anteiles des Bestimmungselementes durchgeführt werden. Üblicherweise weist die Vorrichtung einen oder mehrere Prozessoren auf bzw. ist mit einem oder als Computer ausgebildet.

30

Es versteht sich, dass die erfindungsgemäße Vorrichtung entsprechend bzw. analog den Merkmalen, Vorteilen und Wirkungen, welche im Rahmen eines, insbesondere vorstehenden, Verfahrens zur Bestimmung eines Elementanteiles beschrieben sind,

ausgebildet sein kann. Analoges gilt auch für die erfindungsgemäße Vorrichtung im Hinblick auf das Verfahren.

Bewährt hat es sich, wenn die Vorrichtung als Teil eines Elektronenmikroskops ausgebildet ist bzw. an ein solches zur Datenübertragung gekoppelt ist. Dies ermöglicht eine besonders praktikable Bestimmung des Bestimmungselementes bzw. dessen Anteiles. Das Elektronenmikroskop kann dabei beispielsweise als Rasterelektronenmikroskop oder Transmissionselektronenmikroskop ausgebildet sein. Es versteht sich, dass das Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles dabei üblicherweise im Rahmen einer elektronenmikroskopischen Messung umgesetzt ist bzw. wird. Das Elektronenmikroskop weist vorteilhaft einen Rückstreuelektronendetektor zur Aufnahme eines Rückstreuelektronensignals, insbesondere Rückstreuelektronenbildes, und einen Röntgenspektroskopiedetektor zur Ermittlung einer Spektroskopieelementzusammensetzung eines Untersuchungsbereiches einer Probe auf.

Im Falle eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM) findet aufgrund dessen Aufbauprinzip in der Regel eine ordnungszahlabhängige Elektronenstreuung im Wesentlichen in Richtung einer Schussrichtung der Primärelektronen bzw. in einer die Probe durchdringenden Richtung der Primärelektronen statt. Entsprechend korrespondieren im speziellen Fall eines Transmissionselektronenmikroskops die Probe durchdringende Elektronen, welche geeignet sind, einen Ordnungszahlkontrast zu bewirken, mit Rückstreuelektronen im Sinne dieses Dokumentes und sind im Speziellen als von der Bezeichnung Rückstreuelektronen umfasst bzw. mitgemeint zu sehen. Entsprechend ist in diesem Fall ein Elektronendetektor, welcher solche zur Erzeugung eines Ordnungszahlkontrasts geeigneten Elektronen detektiert, im Sinne dieses Dokumentes im Speziellen als von der Bezeichnung Rückstreuelektronendetektor umfasst bzw. mitgemeint zu sehen. Im Falle eines Transmissionselektronenmikroskops hat sich als Rückstreuelektronendetektor im Besonderen ein High-Angular-Darkfield-Detektor (HAADF-Detektor) als günstig erwiesen, wobei Elektronen, in der Regel konzentrisch um eine optische Achse des Transmissionselektronenmikroskops, an einer von einer Primärelektronenquelle des Transmissionselektronenmikroskops abgewandten Seite der Probe detektiert werden. Ein Ordnungszahlkontrast skaliert dabei in der Regel mit einem Quadrat der Ordnungszahl.

Das weitere Ziel wird erfindungsgemäß mit einem Computerprogrammprodukt der eingangs genannten Art erreicht, wenn das Computerprogrammprodukt Befehle, die bei Ausführung des Computerprogrammproduktes durch einen Computer bzw. vorgenannter Vorrichtung zur Datenverarbeitung diese veranlassen, das Verfahren zur Bestimmung

5 eines Elementanteiles auszuführen, insbesondere auf beschriebenen Weise eine Kombination zwischen aus dem Rückstreuелеlektronen ermitteltem Messgrauwert und Spektroskopieelementzusammensetzung durchzuführen, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen. bzw. im Besonderen einerseits aus dem Rückstreuелеlektronensignal, insbesondere Rückstreuелеlektronenbild, einen Messgrauwert

10 zu berechnen und andererseits mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung einen Vergleichsgrauwert zu berechnen und danach mit einem Vergleich von Messgrauwert und Vergleichsgrauwert einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen. Analog vorgenannten Vorteilen und Wirkungen kann auf diese Weise eine praktikable Bestimmung eines Anteiles des

15 Bestimmungselementes durchgeführt werden. Zweckmäßig ist es, wenn das Computerprogrammprodukt als Teil der Vorrichtung zur Datenverarbeitung ausgebildet bzw. auf dieser bestimmungsgemäß installiert ist.

Es versteht sich, dass das erfindungsgemäße Computerprogrammprodukt entsprechend

20 bzw. analog den Merkmalen, Vorteilen und Wirkungen, welche im Rahmen eines, insbesondere vorstehenden, Verfahrens zur Bestimmung eines Elementanteiles beschrieben sind, ausgebildet sein kann.

Mit Vorteil ist ein computerlesbares Speichermedium vorgesehen, auf dem das

25 Computerprogrammprodukt gespeichert ist. Dies ermöglicht eine praktikable Ausführung des Computerprogrammproduktes bzw. Durchführung des Verfahrens zur Bestimmung eines Elementanteiles. Das Speichermedium kann als flüchtiges oder nicht-flüchtiges Speichermedium ausgebildet sein. Das Speichermedium kann zweckmäßig als Teil vorgenannter Vorrichtung zur Datenverarbeitung ausgebildet sein.

30 Weitere Merkmale, Vorteile und Wirkungen ergeben sich aus den nachfolgend dargestellten Ausführungsbeispielen. In den Zeichnungen, auf welche dabei Bezug genommen wird, zeigen:

- Fig. 1 eine schematische Darstellung eines konzeptionellen Ablaufes eines Verfahrens zur Bestimmung eines Anteiles von Lithium als Bestimmungselement;  
 Fig. 2 eine Darstellung eines Rückstreuelektronenbildes einer LX410-Legierungsprobe;  
 Fig. 3 eine Darstellung eines Rückstreuelektronenbildes einer LSX2021-Legierungsprobe;  
 5 Fig. 4 und Fig. 5 mit Kalibrierungsstandards ermittelte Kalibrationskurven.

Ein Grauwert eines Rückstreuelektronenbildes, bezeichnet als Messgrauwert  $S_M$ , einer Oberfläche einer Probe ist eine Funktion einer mittleren Ordnungszahl der Oberfläche der Probe. Elemente mit niedriger Ordnungszahl, wie beispielsweise Lithium, verringern den  
 10 Grauwert. Durch Berechnung eines Vergleichsgrauwertes  $S_V$  basierend auf einer mittels Röntgenspektroskopie ermittelten Elementzusammensetzung der Oberfläche, in welcher mangels Sensitivität der Röntgenspektroskopie für Lithium, Lithium nicht repräsentiert ist, kann durch Kombination des Messgrauwertes  $S_M$  des Rückstreuelektronenbildes mit dem Vergleichsgrauwert  $S_V$  der Li-Gehalt der Oberfläche der Probe bestimmt werden. Der  
 15 Messgrauwert  $S_M$  und Vergleichsgrauwert  $S_V$  sind dabei üblicherweise jeweils als gemittelter Wert angegeben. Das Rückstreuelektronenbild, fachüblich bezeichnet als BSE-Bild, wird üblicherweise mit einem Rückstreuelektronendetektor bzw. BSE-Detektor aufgenommen. Die Elementzusammensetzung der Oberfläche wird in der Regel mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie, bezeichnet als EDX, bestimmt.

20

Fig. 1 zeigt ein konzeptionelles Grundkonzept exemplarisch für eine ternäre Mg-Li-Al-Legierung. Einem Rückstreuelektronenbild (BSE-Bild) eines Untersuchungsbereiches einer Probe kann ein Grauwert  $S_M$  mit  $S_M = f(\eta_{Li}, \eta_{rest}, x_{Li})$  zugeordnet werden, mit einem Rückstreukoeffizienten  $\eta_{Li}$  für Li und einem Rückstreukoeffizienten  $\eta_{rest}$  für eine Mischung  
 25 von Mg und Al in einem Verhältnis  $y$ . Dabei bezeichnet  $x_{Li}$  das Verhältnis von Li zu dieser Mischung aus Mg und Al. Weiter gilt  $\eta_{rest} = f(\eta_{Al}, \eta_{Mg}, y)$  mit Rückstreukoeffizienten  $\eta_{Al}$  und  $\eta_{Mg}$  für Al und Mg. Die Rückstreukoeffizienten  $\eta_{Al}$ ,  $\eta_{Mg}$  und  $\eta_{Li}$  können aus der Literatur entnommen oder mittels Simulation ermittelt werden.  $y$  kann mittels Röntgenspektroskopie bestimmt und  $S_M$  aus dem Rückstreuelektronenbild ermittelt  
 30 werden. Mit Ermittlung eines Vergleichsgrauwertes  $S_V$  aus mittels EDX ermittelten Anteilen von Al und Mg kann ein funktioneller Zusammenhang mathematisch aufgelöst werden. Dies kann vorzugsweise mit Rückstreuelektronenbildern von Kalibrationsstandards erfolgen, um den Vergleichsgrauwert  $S_V$  präzise zu bestimmen.

Damit kann  $x_{Li}$  berechnet werden und somit ein Anteil von Li in der untersuchten Probenoberfläche bestimmt werden.

Im Folgenden wird eine Bestimmung eines Anteiles von Lithium als Bestimmungselement anhand von zwei Mg-Li-basierten Legierungen LAX410 und LSX2021 exemplarisch dargestellt. Hierzu wurden jeweils ein Rückstreuelektronenbild eines Untersuchungsbereiches, fachüblich bezeichnet als ROI bzw. Region-of-Interest, von Legierungsproben der jeweiligen Legierung sowie mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie bzw. EDX eine Spektroskopieelementzusammensetzung des jeweiligen Untersuchungsbereiches bestimmt. Die nominalen Zusammensetzungen von LAX410 und LSX2021 sind in Gew.-% in Tabelle 1 dargestellt. Die Legierungsproben wurden mit einem elektrischen Induktionsofen unter Argon-Schutzgas-Atmosphäre hergestellt. Zur Untersuchung der Legierungsproben wurde ein Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop eingesetzt, wobei für EDX ein Siliziumdrift-detektor und zur Aufnahme des Rückstreuelektronenbildes ein Vier-Quadranten-Halbleiterdetektor eingesetzt wurde.

Tabelle 1: Nominale Zusammensetzung von LAX410 und LSX2021 in Gew.-%.

|                | Mg   | Li   | Al  | Si  | Ca  |
|----------------|------|------|-----|-----|-----|
| <b>LAX410</b>  | Rest | 4,0  | 0,8 | –   | 0,3 |
| <b>LSX2021</b> | Rest | 20,0 | –   | 2,0 | 1,0 |

Fig. 2 zeigt ein Rückstreuelektronenbild einer LAX410-Legierungsprobe, wobei drei Untersuchungsbereiche, bezeichnet mit ROI 1, ROI 2 und ROI 3, markiert sind, welche hinsichtlich deren Elementzusammensetzung näher untersucht wurden. In entsprechender Weise zeigt Fig. 3 ein Rückstreuelektronenbild einer LSX2021-Legierungsprobe, wobei zwei Untersuchungsbereiche, ROI 1 und ROI 2, markiert sind. Die Rückstreuelektronenbilder sind hierbei als Grauwertbilder mit einem Grauwertspektrum von 0 bis 255 ausgebildet.

Um basierend auf der mittels EDX ermittelten Elementzusammensetzung, auch bezeichnet als Spektroskopieelementzusammensetzung, der jeweiligen Untersuchungsbereiche einen jeweiligen mittleren Vergleichsgrauwert  $\bar{S}_V$  zu berechnen, wurden Kalibrationsproben, gebildet aus im Wesentlichen reinem Al, Mg bzw. Si

vermessen. Zugehörige Kalibrationskurven mit gemessenen Kalibrationsgrauwerten  $S$  und mittels Simulation ermittelten Rückstreukoeffizienten  $\eta$  sind in Fig. 4 und Fig. 5 dargestellt. Zweckmäßig ist hierbei in Fig. 4 ein Verhältnis des Kalibrationsgrauwertes  $S$  und Rückstreukoeffizienten  $\eta$  über der Ordnungszahl  $Z$  dargestellt, um einen linearen Zusammenhang zwischen dem Kalibrationsgrauwert und der Ordnungszahl zu bilden.

Fig. 5 stellt sowohl Grauwerte  $S$  als auch Rückstreukoeffizienten über der Ordnungszahl  $Z$  dar, wobei für Li ein berechneter Grauwert über der Ordnungszahl  $Z$  angegeben ist. In Tabelle 2 ist die mittels EDX gemessene Spektroskopieelementzusammensetzung, gebildet aus Mg, Al und Ca, der jeweiligen Untersuchungsbereiche für die LAX410-Legierungsprobe und in Tabelle 3 jene für die LSX2021-Legierungsprobe, gebildet aus Mg, Si und Ca, angegeben. Weiter sind in Tabelle 3 und Tabelle 4 der jeweilige aus der Spektroskopieelementzusammensetzung berechnete mittlere Vergleichsgrauwert  $\bar{S}_V$  sowie ein mittlerer Messgrauwert  $\bar{S}_M$  des jeweiligen Untersuchungsbereiches des zugehörigen Rückstreuelektronenbildes angegeben.

Basierend auf der Formel  $x = \frac{\bar{S}_M - \bar{S}_V}{\bar{S}_B - \bar{S}_V}$  wurde damit der Anteil  $x$  von Li im jeweiligen Untersuchungsbereich berechnet, wobei  $\bar{S}_M$  einen mittleren Messgrauwert,  $\bar{S}_V$  einen mittleren Vergleichsgrauwert und  $\bar{S}_B$  einen mittleren Bestimmungselementgrauwert, in diesem Fall jenen für Li, bezeichnet.

**Tabelle 2:** Für LAX410: Mittels Röntgenspektroskopie ermittelte Anteile von Mg, Al und Ca in Gew.-%; mittlerer Messgrauwert  $\bar{S}_M$  des Rückstreuelektronenbildes; berechneter mittlerer Vergleichsgrauwert  $\bar{S}_V$  sowie berechneter Anteil von Li in Gew.-%.

|                          | ROI 1 | ROI 2 | ROI 3 |
|--------------------------|-------|-------|-------|
| Mg                       | 99,3  | 84,1  | 60,6  |
| Al                       | 0,6   | 8,2   | 18,1  |
| Ca                       | 0,2   | 7,7   | 21,3  |
| $\bar{S}_V$ (calculated) | 139   | 151   | 171   |
| $\bar{S}_M$ (measured)   | 136   | 148   | 178   |
| <b>Li (calculated)</b>   | 2,8   | 2,2   | –     |



**Tabelle 3:** Für LSX2021: Mittels Röntgenspektroskopie ermittelte Anteile von Mg, Si und Ca in Gew.-%; mittlerer Messgrauwert  $\bar{S}_M$  des Rückstreuelektronenbildes; berechneter mittlerer Vergleichsgrauwert  $\bar{S}_V$  sowie berechneter Anteil von Li in Gew.-%.

|                          | ROI 1 | ROI 2 |
|--------------------------|-------|-------|
| Mg                       | 98,5  | 69,8  |
| Si                       | 0,5   | 13,1  |
| Ca                       | 0,9   | 17,2  |
| $\bar{S}_V$ (calculated) | 140   | 167   |
| $\bar{S}_M$ (measured)   | 119   | 169   |
| <b>Li (calculated)</b>   | 17,5  | –     |

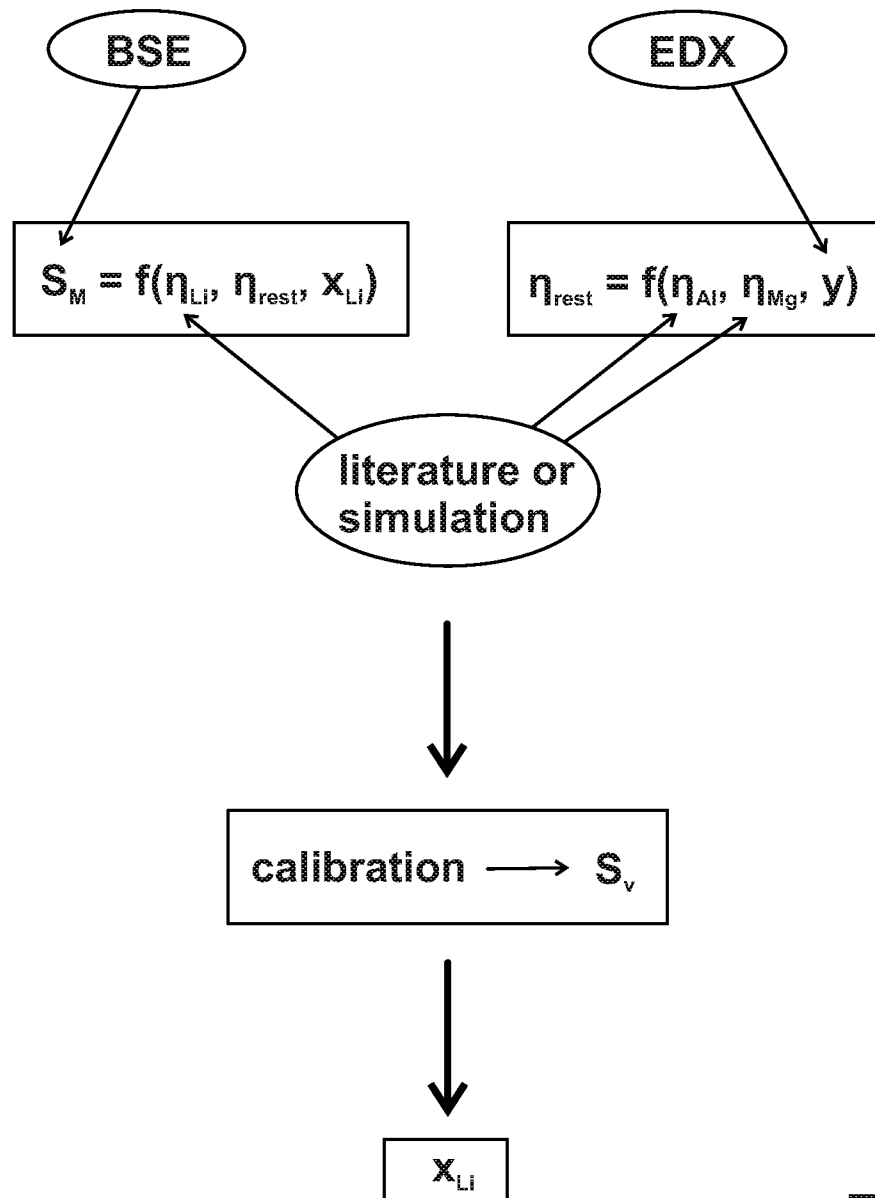
- 5 Wie in Tabelle 2 und Tabelle 3 ersichtlich wurde für die ROI 1 der Legierungsproben ein Li-Anteil von 2,8 Gew.-% bzw. 17,5 Gew.-% bestimmt. Sowohl bei der LAX410-Legierungsprobe als auch LSX2021-Legierungsprobe betrifft die ROI 1 einen Matrixbereich der jeweiligen Legierungsmorphologie. Die bestimmten Li-Anteile der ROI 1 liegen etwas niedriger, allerdings sehr nahe, an den nominalen Li-Anteilen gemäß
- 10 Tabelle 1. Wie in Tabelle 2 und Tabelle 3 ersichtlich weisen die ROI 2 der LAX410-Legierungsprobe und LSX2021-Legierungsprobe etwas höhere berechnete mittlere Vergleichsgrauwerte  $\bar{S}_V$  als mittlere Messgrauwerte  $\bar{S}_M$  auf, was einen Mangel von Li anzeigt. Für ROI 2 der LAX410-Legierungsprobe wurde der Li-Anteil mit 2,2 Gew.-% bestimmt. Die zugehörige Gefügestruktur scheint eine dendritische Struktur mit Li-freien
- 15 intermetallischen Verbindungen, wie  $\text{Al}_2\text{Ca}$ - oder  $\text{Mg}_2\text{Ca}$ -Laves-Phasen, und einer mit Li gebildeten Matrix aufzuweisen. Der ROI 3 der LAX410-Legierungsprobe ist im Wesentlichen Li-frei ausgebildet.

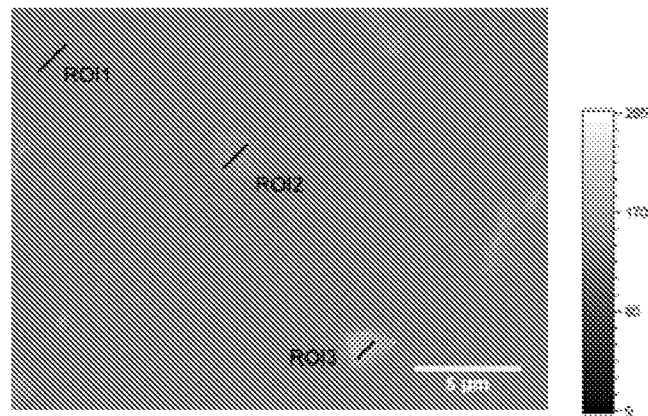
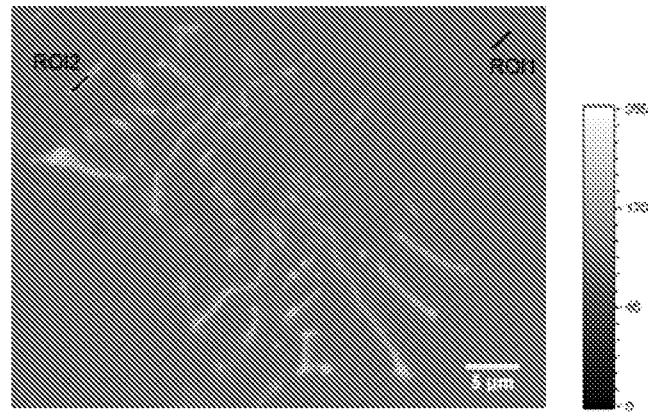
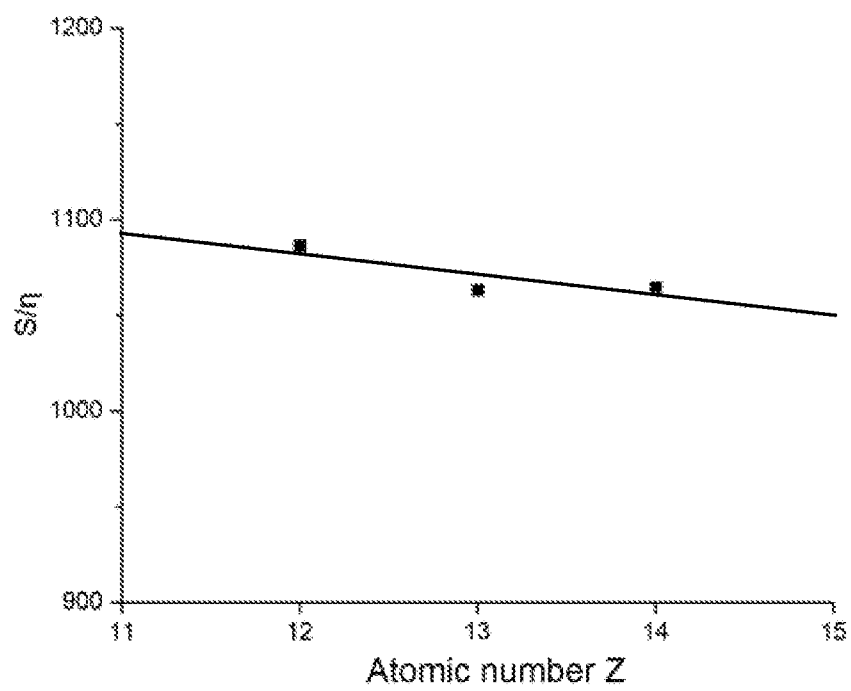
- Es zeigt sich somit, dass mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine quantitative
- 20 Bestimmung von Elementen kleiner Ordnungszahl, im Besonderen von Lithium, mit hoher Genauigkeit ermöglicht ist, indem Rückstreuelektronensignale, insbesondere Rückstreuelektronenbilder, und Röntgenspektroskopiemessergebnisse synergetisch kombiniert werden. Vorteilhaft ist dabei ein Bindungszustand des Bestimmungselementes von untergeordneter Rolle, da üblicherweise eine Rückstreuung bzw. ein
- 25 Rückstreukoeffizient von Rückstreuelektronen vom Atomkern des jeweiligen Elementes dominiert wird.

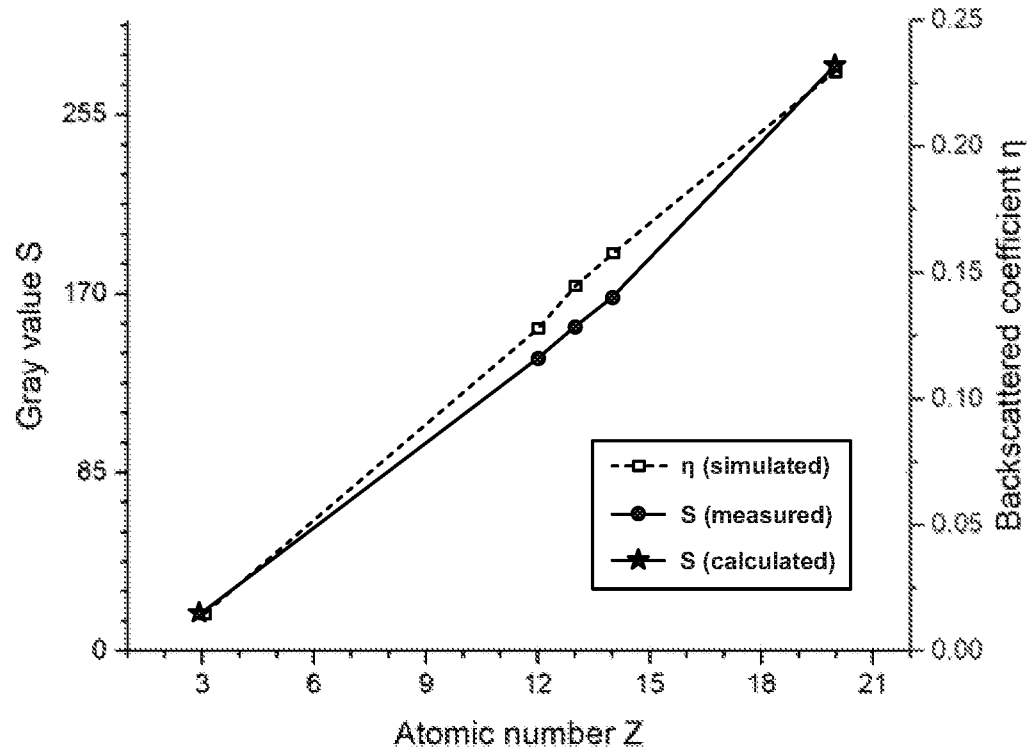
## Patentansprüche

1. Computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines Bestimmungselementes insbesondere mit kleiner Ordnungszahl, im Speziellen von  
 5 Lithium, eines Untersuchungsbereiches einer mit Primärelektronen beschossenen Probe, wobei ein mit einem Rückstreuelektronendetektor aufgenommenes Rückstreuelektronensignal, bevorzugt ein Rückstreuelektronenbild, sowie eine mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, ermittelte Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches erhalten sind,  
 10 dadurch gekennzeichnet, dass ein aus dem Rückstreuelektronensignal ermittelter Messgrauwert  $S_M$  mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung kombiniert wird, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen.
  
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Kombination  
 15 zwischen Messgrauwert  $S_M$  und den Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung mit Rückstreukoeffizienten der Elementanteile erfolgt.
  
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass mit den  
 20 Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung ein Vergleichsgrauwert  $S_V$  berechnet wird und mit einem Vergleich, insbesondere einer Differenz, von Messgrauwert  $S_M$  und Vergleichsgrauwert  $S_V$  ein Anteil des Bestimmungselementes bestimmt wird.
  
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine  
 25 oder mehrere Kalibrationsproben mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen sind, um bestimmten Elementen bzw. Elementzusammensetzungen bestimmte Grauwerte zuzuordnen.
  
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine  
 30 mit bzw. aus dem Bestimmungselement gebildete Kalibrationsprobe mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen ist, um dem Bestimmungselement einen Grauwert zuzuordnen.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Untersuchungsbereich der Probe mit einem Primärelektronenstrahl beschossen wird und mit einem Rückstreuelektronendetektor vom Untersuchungsbereich rückgestreute Elektronen detektiert werden, um das Rückstreuelektronensignal aufzunehmen, und vom
- 5 Untersuchungsbereich emittierte Röntgenstrahlen mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, detektiert werden, um die Spektroskopieelementzusammensetzung zu ermitteln.
7. Vorrichtung zur Datenverarbeitung, umfassend Mittel, wie zumindest einen
- 10 Prozessor, welche angepasst sind, das Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6 auszuführen.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung als Teil eines Elektronenmikroskops ausgebildet ist bzw. an ein solches zur
- 15 Datenübertragung gekoppelt ist.
9. Computerprogrammprodukt, umfassend Befehle, die bei Ausführung des Computerprogrammproduktes durch einen Computer diesen veranlassen, das Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6 auszuführen.
- 20
10. Computerlesbares Speichermedium, auf dem das Computerprogrammprodukt nach Anspruch 9 gespeichert ist.

**Fig. 1**

**Fig. 2****Fig. 3****Fig. 4**

**Fig. 5**

## Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC:

G01N 23/2208 (2018.01); G01N 23/2209 (2018.01); G01N 23/2251 (2018.01); G01N 23/2252 (2018.01)

## Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC:

G01N 23/2208 (2018.02); G01N 23/2209 (2021.02); G01N 23/2251 (2018.02); G01N 23/2252 (2018.02); G01N 2223/05 (2013.01); G01N 2223/053 (2013.01); G01N 2223/07 (2013.01); G01N 2223/079 (2013.01); G01N 2223/418 (2013.01)

## Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation):

G01N

## Konsultierte Online-Datenbank:

EPDOC, WPIAP, TXTnn; NPL; Google

Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 16.09.2020 eingereichten Ansprüchen 1-10 erstellt.

| Kategorie <sup>*)</sup> | Bezeichnung der Veröffentlichung:<br>Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder),<br>Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich                                                                                                                                                                                    | Betreffend<br>Anspruch |
|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------|
| A                       | P. Hovington et al., "Can We Detect Li K X-ray in Lithium Compounds Using Energy Dispersive Spectroscopy?", Scanning, Vol. 38, pp. 571-578, (Veröffentlicht am 3 Februar 2016), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/sca.21302> Gesamtes Dokument.                                                    | 1                      |
| A                       | L. Xiaobing et al., "Detection of Lithium X-rays by EDS", Microscopy and Microanalysis, Volume 19, Issue S2: Proceedings of Microscopy & Microanalysis 2013, pp. 1136 - 1137, (Online veröffentlicht am 09. Oktober 2013) [ermittelt online am 22.07.2021], URL: <https://doi.org/10.1017/S1431927613007678> Gesamtes Dokument.                           | 1                      |
| A                       | S. Burgess et al., "High spatial resolution energy dispersive X-ray spectrometry in the SEM and the detection of light elements including lithium", Microscopy and Analysis, 27(4) (Veröffentlicht im Mai 2013), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: <https://analyticalscience.wiley.com/doi/10.1002/micro.620/full/> Gesamtes Dokument.              | 1                      |
| A                       | S. Bessette et al., "Nanoscale Lithium Quantification in Li <sub>x</sub> Ni <sub>y</sub> CowMnZnO <sub>2</sub> as Cathode for Rechargeable Batteries", Scientific Reports 8, Article number 17575 (Veröffentlicht online am 04. Dezember 2018), [ermittelt online am 22.07.2021], URL: <https://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-33608-3> Gesamtes Dokument. | 1                      |

Datum der Beendigung der Recherche:

22.07.2021

Seite 1 von 1

Prüfer(in):

LEHNER Johanna

## \*) Kategorien der angeführten Dokumente:

- X** Veröffentlichung **von besonderer Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.
- Y** Veröffentlichung **von Bedeutung**: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese **Verbindung für einen Fachmann naheliegend** ist.

- A** Veröffentlichung, die den allgemeinen **Stand der Technik** definiert.
- P** Dokument, das von **Bedeutung** ist (Kategorien **X** oder **Y**), jedoch **nach dem Prioritätstag** der Anmeldung veröffentlicht wurde.
- E** Dokument, das **von besonderer Bedeutung** ist (Kategorie **X**), aus dem ein „**älteres Recht**“ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).
- &** Veröffentlichung, die Mitglied der selben **Patentfamilie** ist.

**Patentansprüche**

1. Computergestütztes Verfahren zur Bestimmung eines Elementanteiles eines Bestimmungselementes insbesondere mit kleiner Ordnungszahl, im Speziellen von  
5 Lithium, eines Untersuchungsbereiches einer mit Primärelektronen beschossenen Probe, wobei ein mit einem Rückstreuelektronendetektor aufgenommenes Rückstreuelektronensignal, bevorzugt ein Rückstreuelektronenbild, sowie eine mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, ermittelte Spektroskopieelementzusammensetzung des Untersuchungsbereiches erhalten sind,  
10 dadurch gekennzeichnet, dass ein aus dem Rückstreuelektronensignal ermittelter Messgrauwert  $S_M$  mit Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung kombiniert wird, um einen Anteil des Bestimmungselementes zu bestimmen.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Kombination  
15 zwischen Messgrauwert  $S_M$  und den Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung mit Rückstreukoeffizienten der Elementanteile erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass mit den  
20 Elementanteilen der Spektroskopieelementzusammensetzung ein Vergleichsgrauwert  $S_V$  berechnet wird und mit einem Vergleich, insbesondere einer Differenz, von Messgrauwert  $S_M$  und Vergleichsgrauwert  $S_V$  ein Anteil des Bestimmungselementes bestimmt wird.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine  
25 oder mehrere Kalibrationsproben mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen sind, um bestimmten Elementen ~~bzw. und/oder~~ Elementzusammensetzungen bestimmte Grauwerte zuzuordnen.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass eine  
30 mit ~~bzw. oder~~ aus dem Bestimmungselement gebildete Kalibrationsprobe mit dem Rückstreuelektronendetektor vermessen ist, um dem Bestimmungselement einen Grauwert zuzuordnen.



6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Untersuchungsbereich der Probe mit einem Primärelektronenstrahl beschossen wird und mit einem Rückstreuelektronendetektor vom Untersuchungsbereich rückgestreute Elektronen detektiert werden, um das Rückstreuelektronensignal aufzunehmen, und vom  
5 Untersuchungsbereich emittierte Röntgenstrahlen mit einem Röntgenspektroskopiedetektor, wie einem EDX-Detektor, detektiert werden, um die Spektroskopieelementzusammensetzung zu ermitteln.

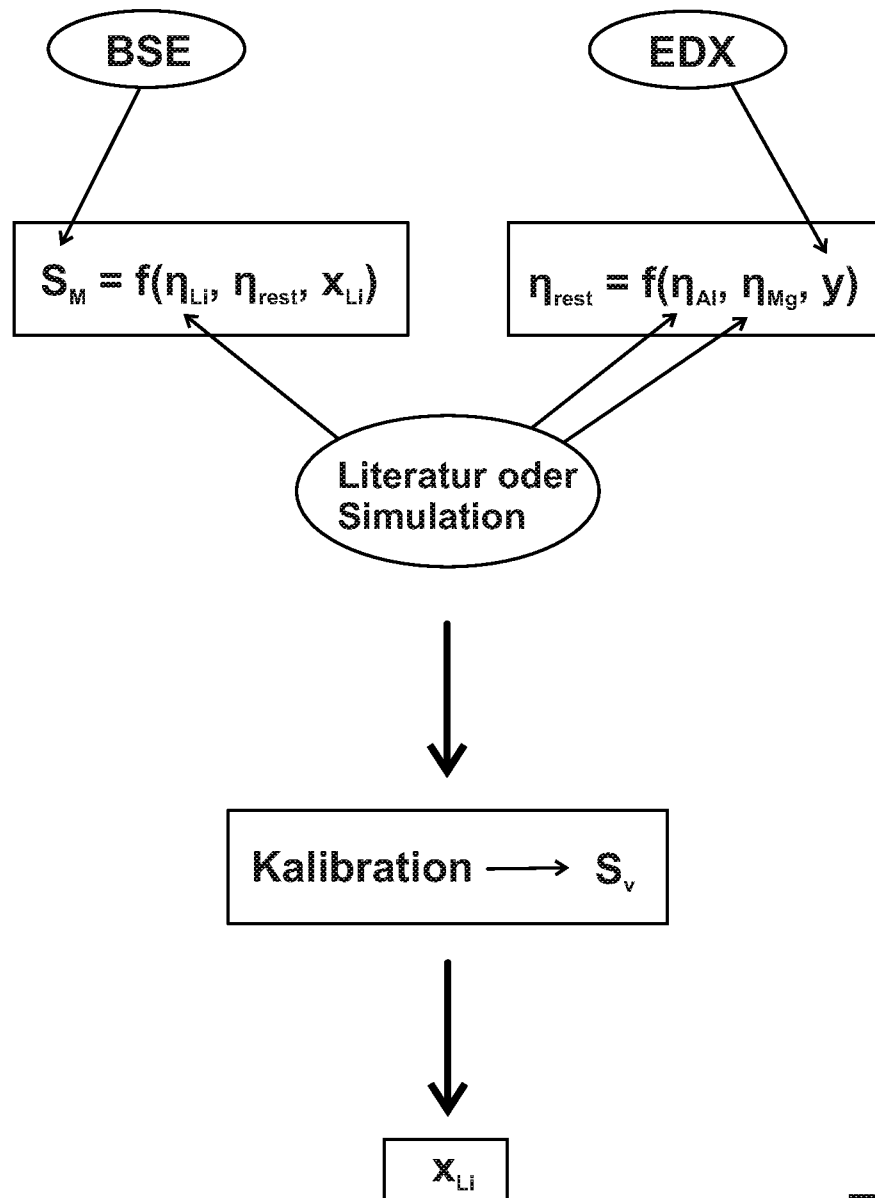
7. Vorrichtung zur Datenverarbeitung, umfassend Mittel, wie zumindest einen  
10 Prozessor, welche angepasst sind, das Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6 auszuführen.

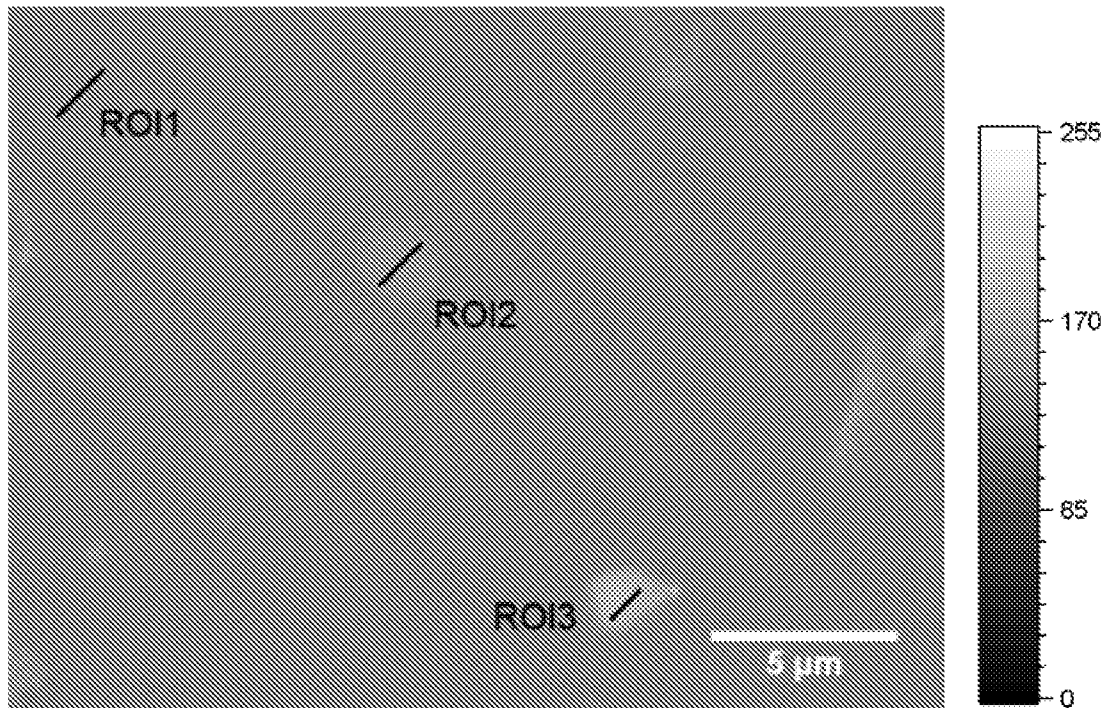
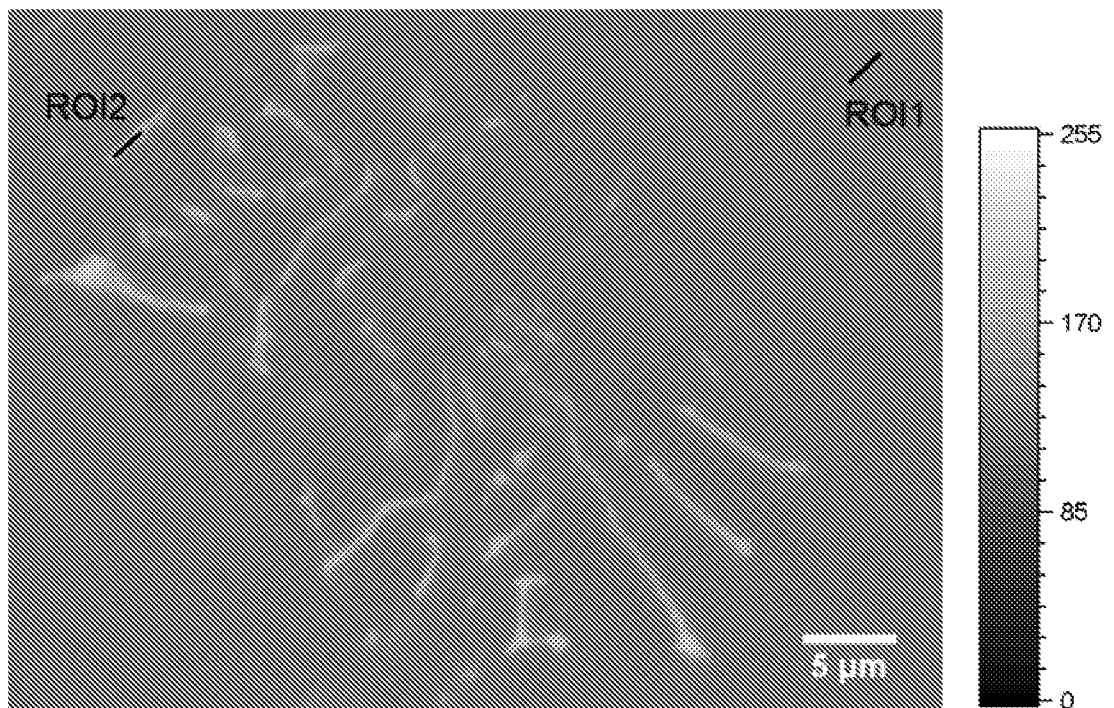
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Vorrichtung als Teil eines Elektronenmikroskops ausgebildet ist ~~bzw.~~ und/oder an ein solches zur  
15 Datenübertragung gekoppelt ist.

9. Computerprogrammprodukt, umfassend Befehle, die bei Ausführung des Computerprogrammproduktes durch einen Computer diesen veranlassen, das Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6 auszuführen.

20

10. Computerlesbares Speichermedium, auf dem das Computerprogrammprodukt nach Anspruch 9 gespeichert ist.

**Fig. 1**

**Fig. 2****Fig. 3**

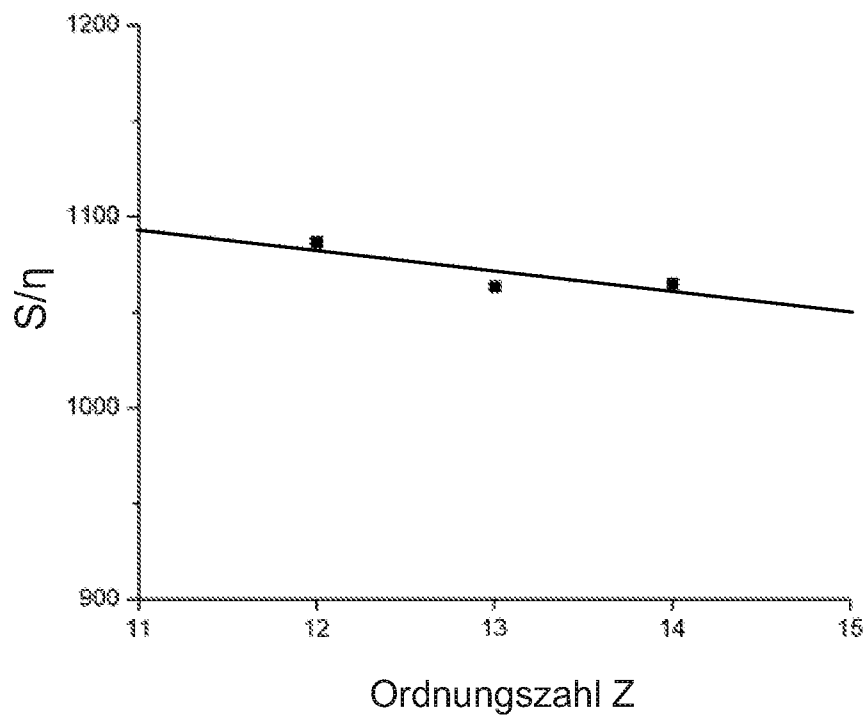


Fig. 4

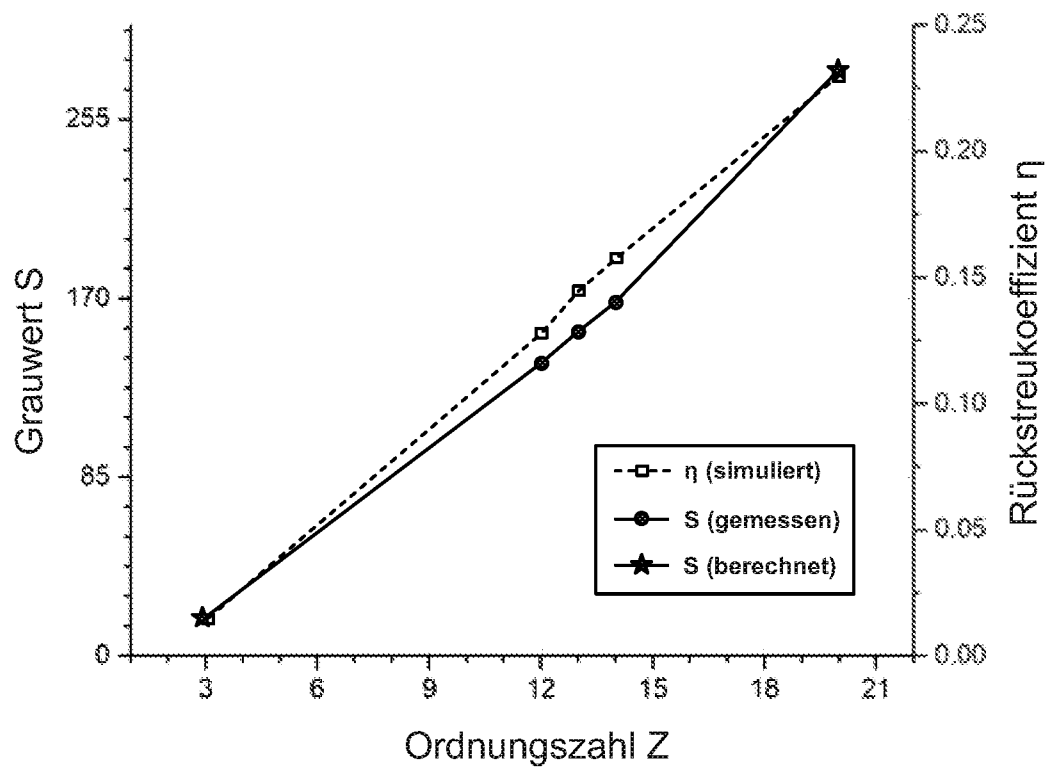


Fig. 5