

# Elektronenmikroskopie II

**TT. Prof. Dr.-Ing. Yolita M. Eggeler**

Microscopy of Nanoscale Structures & Mechanisms (MNM)

Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM)

CFN, Gebäude 30.25, Raum 215

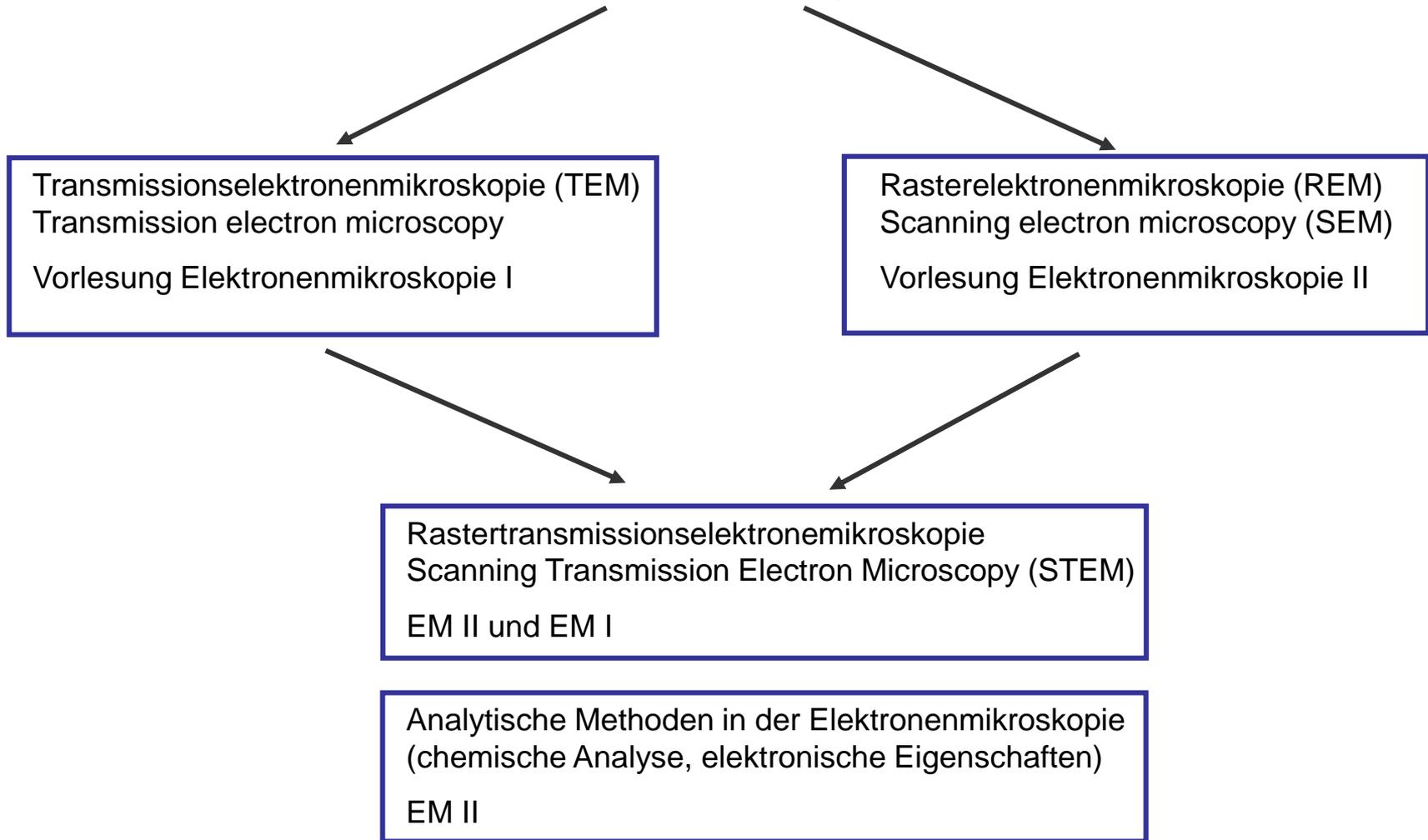
Tel: 608-43724, Email: [yolita.eggeler@kit.edu](mailto:yolita.eggeler@kit.edu)

**Sprechstunde ist jeweils Dienstag ab 13:30 Uhr.**

# Kurs Elektronenmikroskopie

---

## Elektronenmikroskopie



# Elektronenmikroskopie II

---

## Yolita Eggeler

Microscopy of Nanoscale Structures & Mechanisms (MNM), Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM),  
Gebäude 30.25, Raum 215; Tel: 608-43724; Email: yolita.eggeler@kit.edu

## 1. Rasterelektronenmikroskopie

1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

1.3 Apparative Aspekte

1.4 Abbildungsmodi

Abbildung mit Rückstreuielektronen

Abbildung mit Sekundärelektronen

Channeling (Orientierungscontrast)

Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction: EBSD)

1.5 Environmental (Niederdruck) Rasterelektronenmikroskopie

1.6 Abbildung mit elektronenstrahlinduzierten Strömen (electron-beam induced currents: EBIC)

1.7 Kathodolumineszenz

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente

1.9 Elektronenstrahlolithographie

# Elektronenmikroskopie II

---

## 2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen (FIB: focused-ion beam)

## 3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie

## 4. Analytische Verfahren in der Raster- und Transmissionselektronen- mikroskopie

4.1 Gegenüberstellung Raster- und Transmissionselektronenmikroskopie

4.2 Entstehung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung in Festkörpern

4.3 Energiedispersive Röntgenanalyse (EDXS: energy-dispersive X-ray spectroscopy)

4.4 Wellenlängendispersive Röntgenanalyse

(WDXS: wavelength-dispersive X-ray spectroscopy)

4.5 Elektronenenergie-Verlustspektroskopie

(EELS: electron energy loss spectroscopy)

# Relevanz als Prüfungsfach

---

Elektronenmikroskopie I: Transmissionselektronenmikroskopie (2 SWS, 4 LP)  
und begleitendes Praktikum 4 Versuche (4 LP)

Elektronenmikroskopie II: Rasterelektronenmikroskopie und analytische Verfahren  
(2 SWS, 4 LP)  
und begleitendes Praktikum 4 Versuche (4 LP)

## Master Physik

Beitrag zu Schwerpunktfach/Ergänzungsfach: kondensierte Materie und Nanophysik  
bei Anmeldung zur Modulprüfung muss Teilnahmechein vorgelegt werden (wird vergeben  
bei maximal 2 Abwesenheiten im Semester)

## Master Materialwissenschaft und Werkstofftechnik (MatWerk)

EM I und EM II (Vorlesung und Praktikum) mündliche Prüfung (16 LP)

## Master Angewandte Geowissenschaften

Wahlfach EM II (Vorlesung und Praktikum mit einem Protokoll aus 4 Versuchen, 5 LP)

Wahlfach für Master Chemie, Mathematik ...

Gab es schon, muss ggf. geklärt werden

# Voraussetzungen und Unterlagen

## Voraussetzungen

**Optik**

**Festkörperphysik/Werkstoffkunde**

**Wichtigste Elemente der Quantenmechanik:**

**Teilchen-Welle Dualismus**

## Vorlesungsunterlagen auf ILIAS:

Online Vorlesung →

Anmeldeformular →

Folien →

Link: ILIAS Übung →



## 4027021 – Elektronenmikroskopie II

Es soll die Bildentstehung in der Rasterelektronenmikroskopie und Raster elektronische Eigenschaften) behandelt werden. Ziel ist es dass Sie diese satzmöglichkeiten und Grenzen der Verfahren erkannt werden. Sie sollen (sind).

Inhalt

Info

Einstellungen

Mitglieder

Lernfortschritt

Metac

[Zeigen](#)

[Verwalten](#)

[Sortieren](#)

Neues Objekt hinzufügen ▾

Seite gestalten

### Inhalt



EM2 - Vorlesung - TEAMS

Es soll die Bildentstehung in der Rasterelektronenmikroskopie und Rast



Praktikumsanmeldung



Vorlesungsfolien



Übungen zu EM2

# Praktikum

## ILIAS Kurs: Übungen zu Elektronenmikroskopie II SoSe23

- **Anmeldung zum Praktikum bis zum 2.05.2023.**

### Übungen zu Elektronenmikroskopie II

<https://connect.studium.kit.edu/teams/join/pwpRZukSuz>

Inhalt Info Einstellungen Mitglieder Lernfortschritt Metadaten Export Rechte Voransicht als Mitglie

[Zeigen](#) [Verwalten](#) [Sortieren](#)

Neues Objekt hinzufügen ▾

Seite gestalten

#### Inhalt



Anmeldeformular zur Übung Elektronenmikroskopie 2



Versuch1: Rasterelektronenmikroskopie I: Grundlegende Abbildungsmodi - Kopie



Versuch2: Abbildung und Nanostrukturierung mit einem fokussierten Ga-Ionenstrahl - Kopie



Versuch3: Rasterelektronenmikroskopie II mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDXS) - Kopie



Versuch4: Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS) - Kopie



Übungen Elektronenmikroskopie 2

Austausch und Absprachen

← LINK zum Anmeldeformular

<http://www.lem.kit.edu/praktikumsanmeldung.php>

**4 Versuche,**

Unterlagen müssen vor dem Versuch durchgearbeitet werden, vor jedem Versuch findet eine kleine Abfrage statt.

# Praktikum

---

Versuche ab Mitte/Ende Mai *abhängig von den dann gültigen Richtlinien des KIT zu Lehrveranstaltungen*

## **Praktikum als Präsenzveranstaltung:**

Gruppen mit 3 (maximal 4) Teilnehmern

Versuchsdauer: Halber Tag

## **4 Versuche**

1. *Rasterelektronenmikroskopie I*

2. *Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen*

3. *Rasterelektronenmikroskopie II mit energiedispersiver Röntgenanalyse*

4. *Energiefilternde Transmissionselektronenmikroskopie/Elektronenenergie-Verlustspektroskopie (EELS)*

Abgabe eines Protokolls pro Gruppe (Physiker\*innen, MatWerker\*innen)

Studierende aus den Geowissenschaften kontaktieren mich bitte.

**„Minikonferenz“: Ein Gruppenvortrag zu jedem Versuch.**

# Literatur

---

## Rasterelektronenmikroskopie (REM → engl. SEM))

**Ludwig Reimer, Scanning Electron Microscopy, Springer Verlag, 1985**

**Standard (Nachschlage)werk zur Rasterelektronenmikroskopie**

**Neue Ausgabe 2010 erschienen (Seitenzahlen und Abbildungsnummern z.T. nicht immer exakt übereinstimmend mit meinen Angaben auf den Folien, die im Wesentlichen auf der alten Ausgabe basieren)**

Peter Fritz Schmidt, Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse, Expert Verlag, 1994

**P.J. Goodhews, F.J. Humphreys, R. Beanland, Electron Microscopy and Analysis, 3rd edition, Taylor and Francis 2000**

Weilie Zhou, Zhong Lin Wang (Editoren), Scanning Microscopy for Nanotechnology  
Springer Verlag 2006

E. Fuchs, H. Oppolzer, H. Rehme, Particle Beam Microanalysis, VCH Verlagsgesellschaft, 1990

Klaus Wetzig, Dietrich Schulze (Eds.), In-situ Scanning Electron Microscopy in Materials Research, Akademie Verlag, 1994

Graham Lawes, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis,  
Wiley 1987

Oliver Wells (Editor), Scanning Electron Microscopy, McGraw-Hill 1974

Joseph I. Goldstein, Harvey Yakowitz, Practical Scanning Electron Microscopy,  
Plenum Press 1975

# Literatur

---

## „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Debbie Stokes, Principles and practice of variable pressure/environmental SEM, Wiley 2008

## FIB (focused-ion-beam) Abbildung und Nanostrukturierung

L.A. Gianuzzi, F.A. Stevie, Introduction to Focused Ion Beams. Instrumentation, Theory, Techniques and Practice, Springer 2005

Stefan Lipp, Untersuchungen von Ätz- und Abscheideprozessen im fokussierten Ionenstrahl, Shaker Verlag Band 1/98

## Analytik und Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

**David B. Williams, C. Barry Carter, Transmission Electron Microscopy, Part IV Spectrometry, Plenum Press, 1996, neue Ausgabe Sommer 2008**

L. Reimer (Editor), Energy-Filtering Transmission Electron Microscopy, Springer 1995

M.H. Loretto, Electron Beam Analysis of Materials, Chapman and Hall, 1984

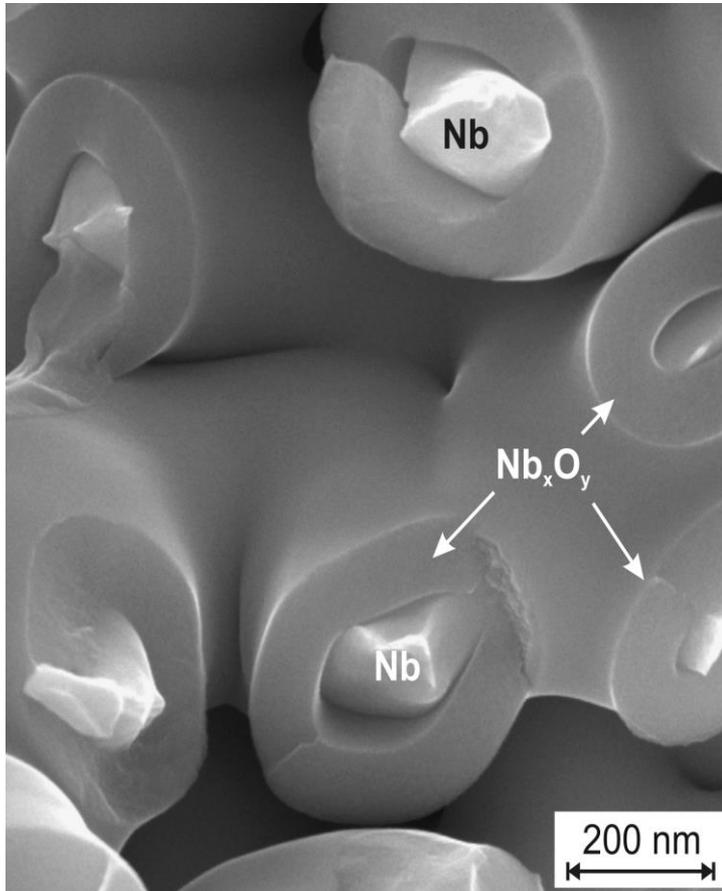
R.F. Egerton, Electron Energy Loss Spectroscopy, Plenum, 1986

Standard (Nachschlage)werk zur Elektronenenergie Verlustspektroskopie

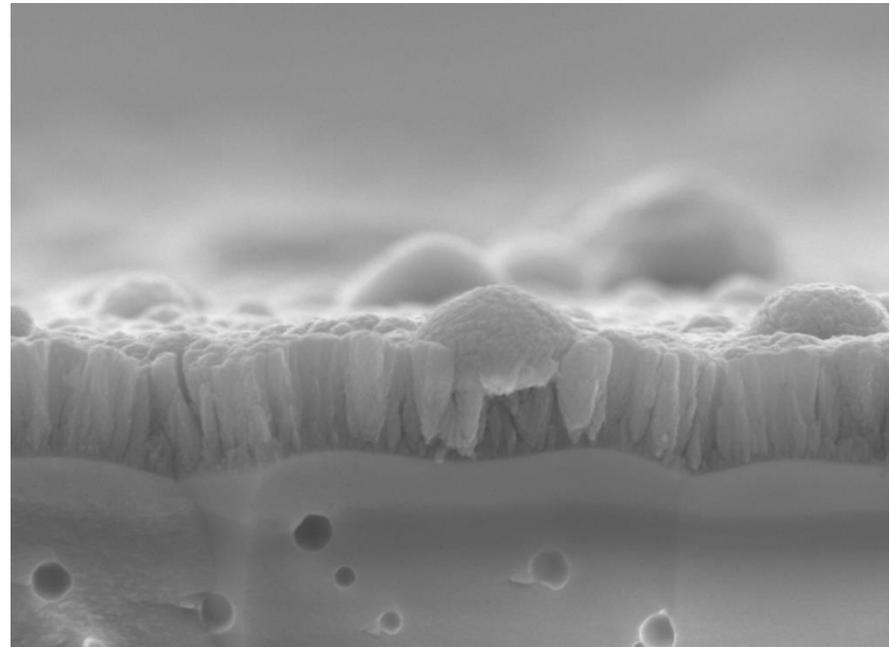
S.J.B. Reed, Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology, Cambridge University Press 1996

S.J. Pennycook, P.D. Nellist, Scanning Transmission Electron Microscopy: Imaging and Analysis, Springer Verlag, 2011

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung



H. Störmer (LEM)  
Oberflächentopographie einer  
Bruchfläche eines porösen  
Nb/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Kondensators

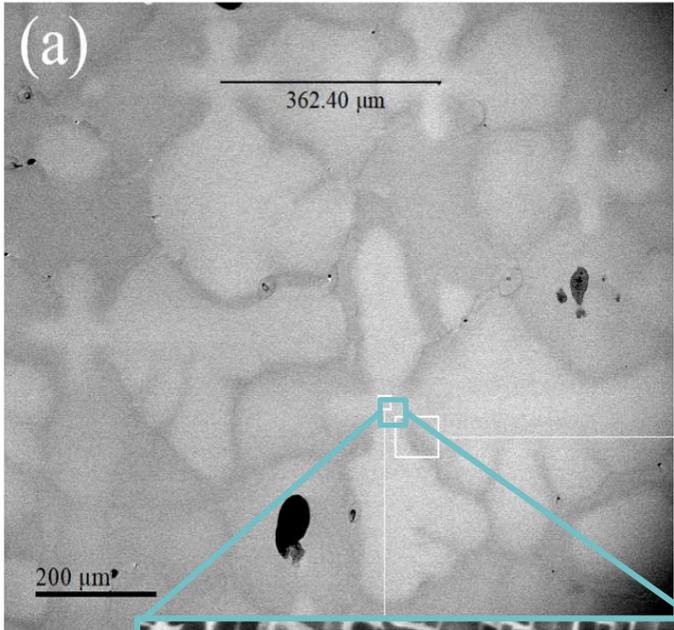


H. Störmer (LEM)

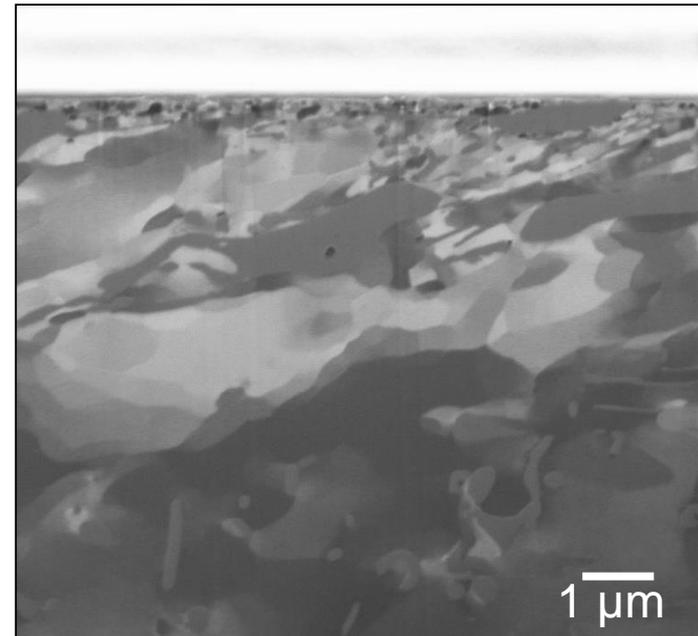
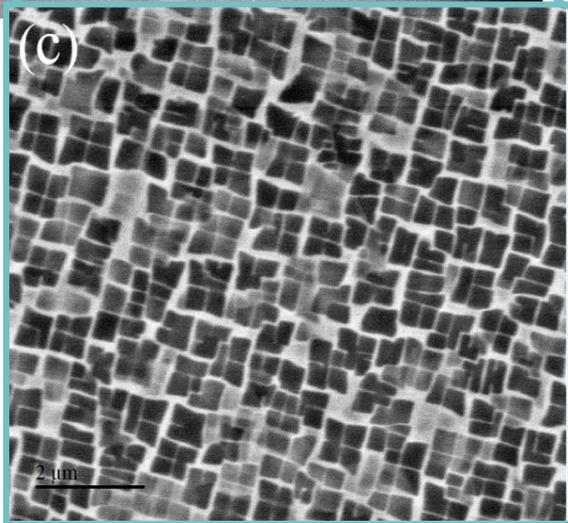
500 nm  
↔

Bruchfläche einer Heterostruktur  
aus Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-dotiertem ZrO<sub>2</sub> auf Ni Substrat

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung

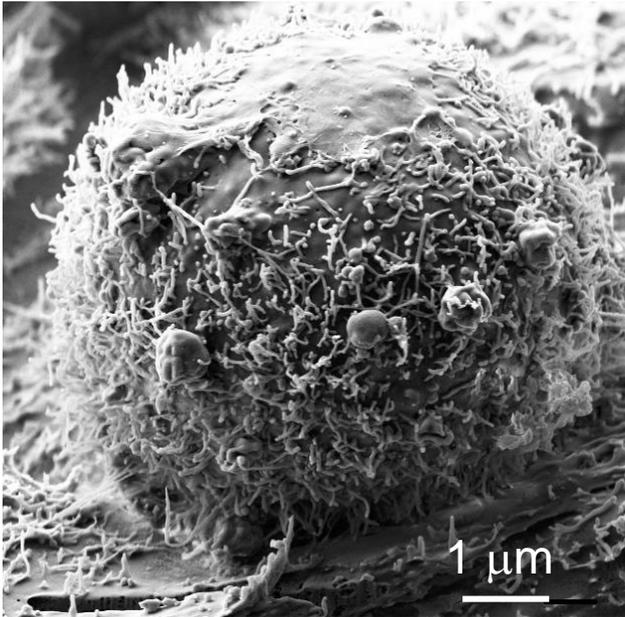


Materialkontrast: Erstarrte Ni-basis Superlegierungen  
Schwarz: Poren  
Hellgrau: Dendriten; fcc Matrix Mischkristall  
Dunkelgrau: Interdendritischer Bereich; L1<sub>2</sub> Ausscheidungen  
Z.Long (MNM-LEM)



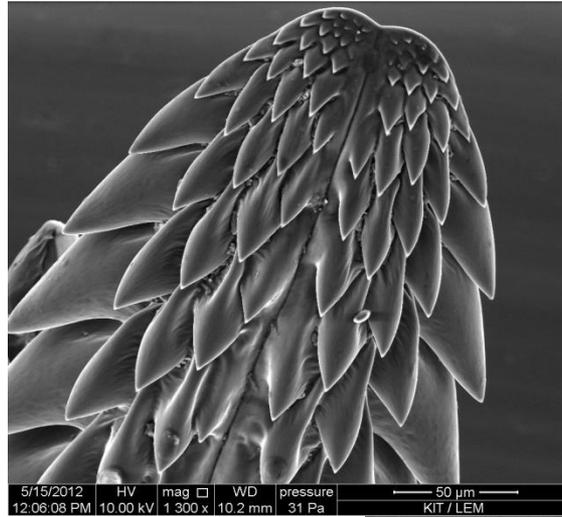
Orientierungskontrast (Elektronen-Channeling):  
Kornstruktur von perlitischem Stahl nach  
Oberflächen-behandlung durch einen Laser

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung



V. Zibat, P. Brenner (LEM)

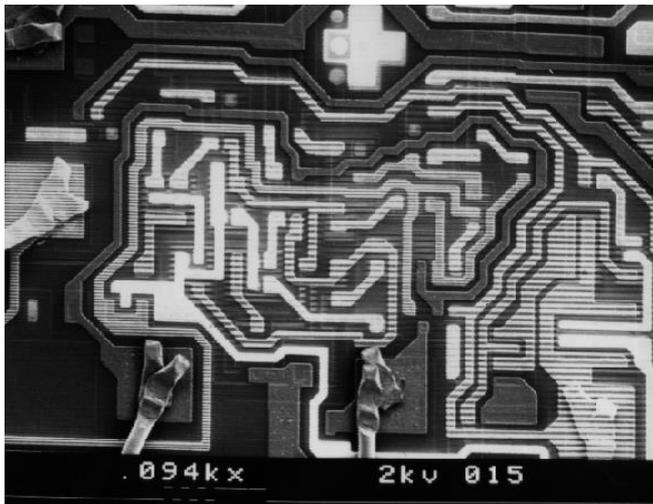
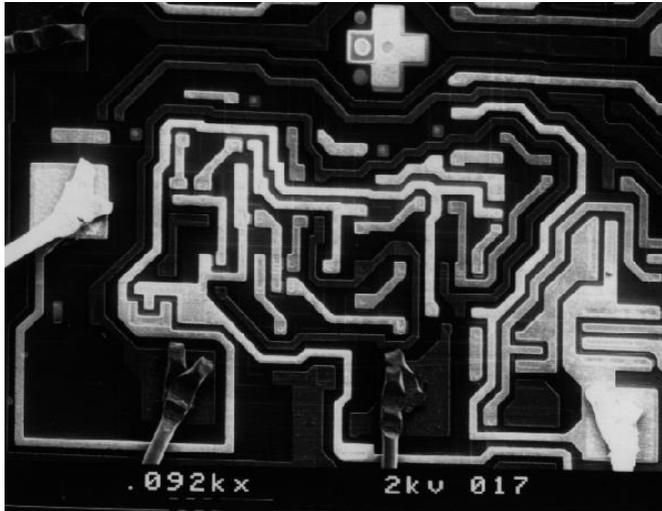
HT-29 Darmkarzinom Zelle



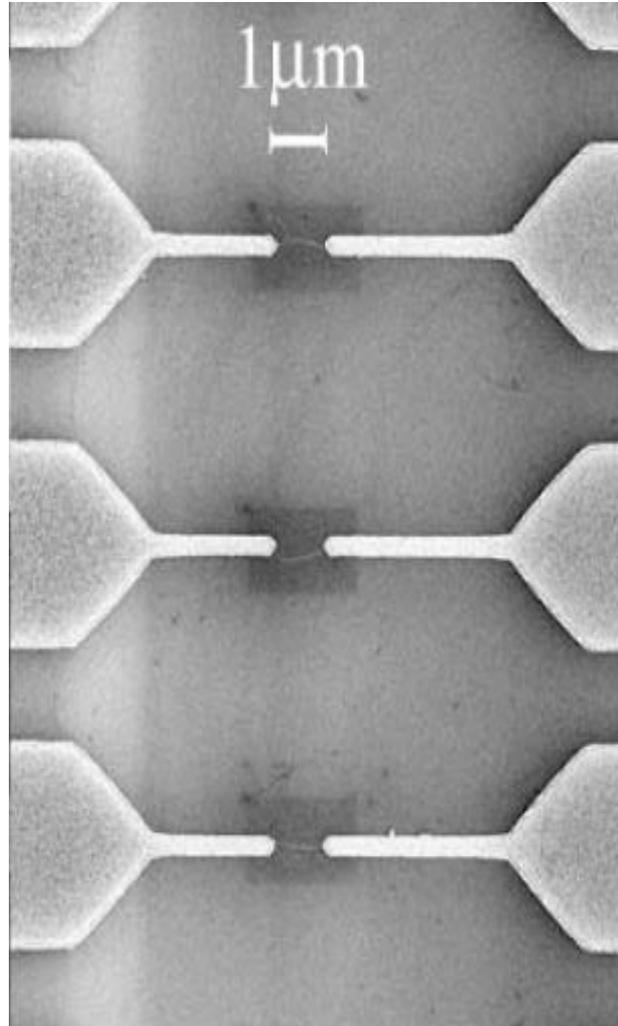
V. Zibat (LEM)  
Zecke



# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung



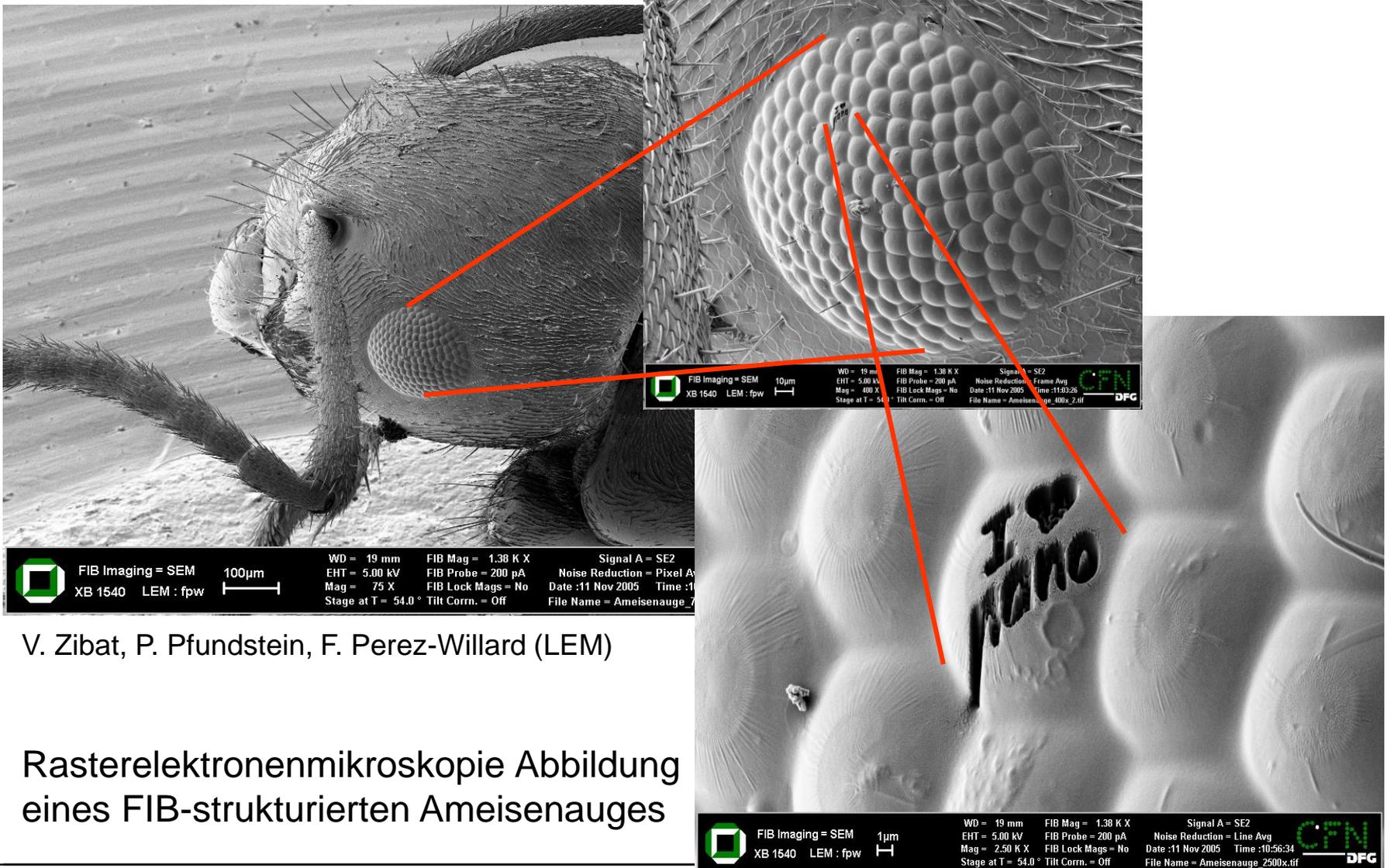
Spannungskontrast



Herstellung von nanostrukturierten Au-Kontakten mit Elektronenstrahl-lithographie

Vijayaraghavan et al., Nano Lett. 2007

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung



V. Zibat, P. Pfundstein, F. Perez-Willard (LEM)

Rasterelektronenmikroskopie Abbildung eines FIB-strukturierten Ameisenauges

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung

---

## Eigenschaften von Rasterelektronenmikroskopie (REM)\* Abbildungen

- Hauptanwendungsgebiet: Abbildung der **Oberflächentopographie massiver Proben**
- hohe Schärfentiefe
- leichte Interpretierbarkeit der Bilder - dreidimensionaler Eindruck durch hohe Schärfentiefe
- geringer Aufwand für Probenpräparation (im Vergleich zur Transmissions-elektronenmikroskopie), elektrisch hinreichend leitfähige Oberfläche notwendig  
→ Aufdampfen eines dünnen Kohlenstoff- oder Platinfilms bei elektrisch isolierenden Proben
- **Bestmögliche Auflösung ca. 1 nm**

### außerdem

- Hoher Verbreitungsgrad der REM in Forschungseinrichtungen und in der Industrie in vielen Fachdisziplinen (Materialforschung, Festkörperphysik, Nanotechnologie, Lebenswissenschaften, Chemie, Verfahrenstechnik, Archäologie.....)

\*Englisches Akronym SEM (scanning electron microscopy)

# 1. Rasterelektronenmikroskopie: Einleitung

---

## **Weitere Abbildungsmodi zusätzlich zu Topographieabbildung:**

- Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung: Materialkontrast
- bei polykristallinen Proben: Orientierungskontrast (Channeling Kontrast)
- elektrische Potentiale (Spannungskontrast: Fehleranalyse von Bauelementen)
- in-situ Experimente: plastische Verformung, Veränderungen der Struktur bei Änderung der Probentemperatur, chemische Reaktionen,.....
- Abbildung von biologischen und sonstigen „nassen“ Proben mit „environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM) unter Niedervakuumbedingungen
- Magnetkontrast: Abbildung von magnetischen Domänen

## **Mit zusätzlichen Detektoren:**

- Chemische Analyse über charakteristische Röntgenstrahlung, die durch die Elektronen in der Probe angeregt wird (energie- und wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie, EDXS und WDXS) → Kapitel 4
- Analyse des emittierten Lichtes, das durch die Primärelektronen des Mikroskops in der Probe angeregt wird (Kathodolumineszenz)

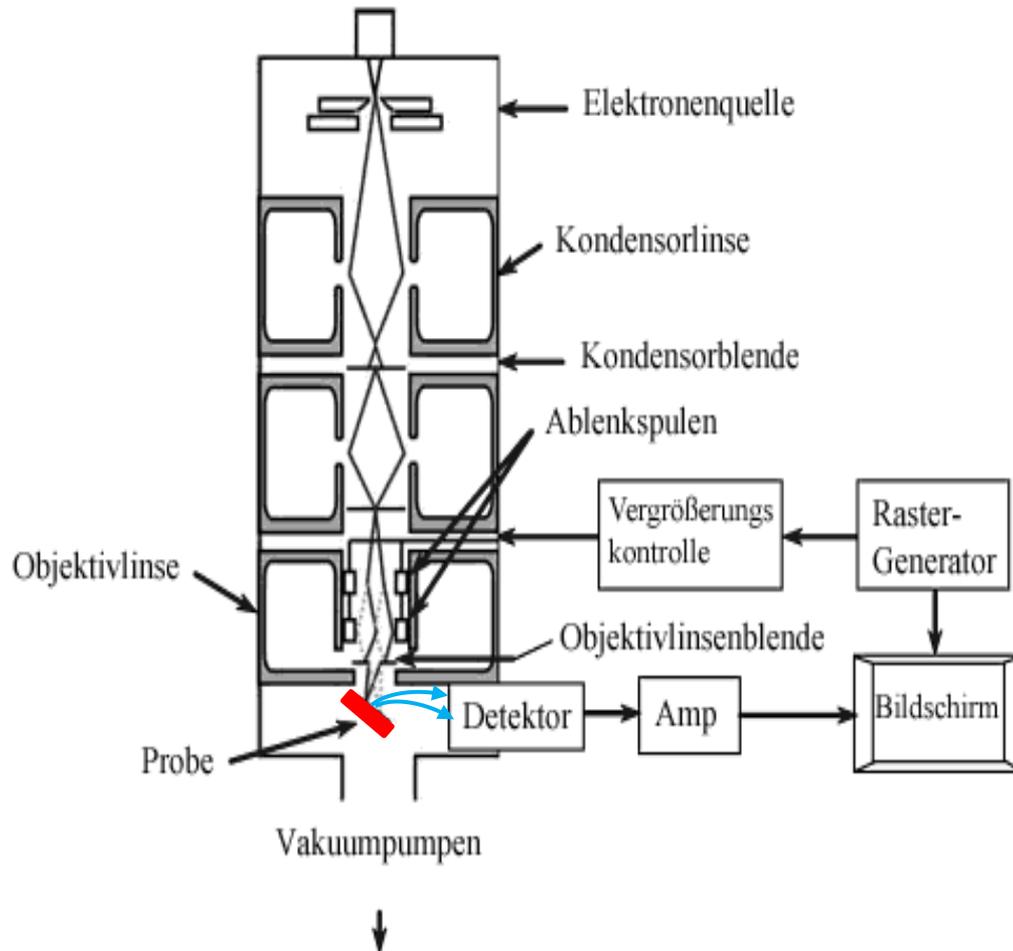
# 1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops

---



Kosten:  
100 000 bis  
900 000 €

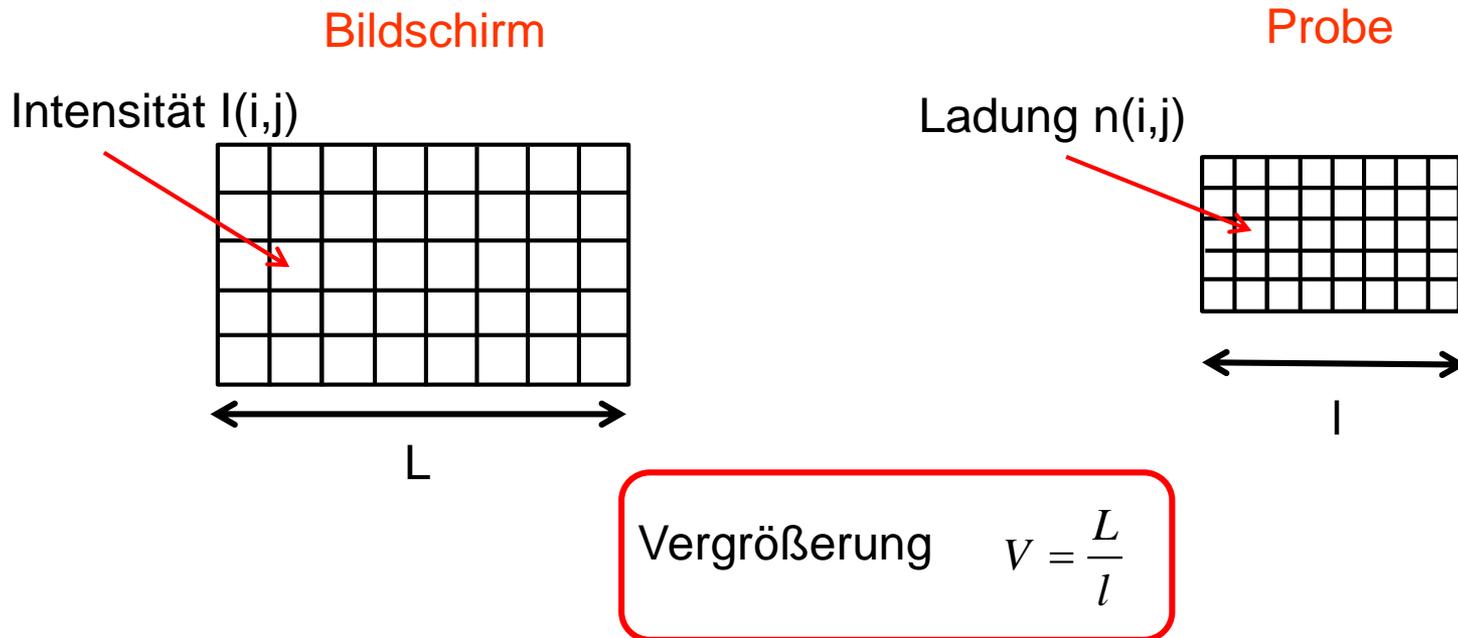
# 1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops



**Kein abbildendes Linsensystem**

- Hochvakuum in der Säule
- Linsensystem zur Erzeugung eines fokussierten Elektronenstrahls auf der Probenoberfläche  
variable Elektronenenergie 1 – 30 keV  
1 keV = 1000 eV
- Elektronenlinsen: magnetische Felder (Kondensor- und Objektivlinsen) zur Fokussierung des Elektronenstrahls auf die Probenoberfläche
- Probenoberfläche wird zeilenweise „abgerastert“ (Rastergenerator, Ablenkspulen)
- Wechselwirkung zwischen Probe und Primärstrahlelektronen  
→ Emission von Elektronen aus der Probe
- Detektion der emittierten Elektronen (Detektor) → Ladung
- Analog/digital Konversion und Verstärkung (Amp)
- zum Abrastern der Probenoberfläche  
synchrone Darstellung der gemessenen Ladung als Grauwert auf einem Bildschirm

# 1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops



- Elektronenstrahl rastert Pixel-für-Pixel zeilenweise über die Probenoberfläche
- Einsammeln von Elektronen (Detektor), die aus der Probe emittiert werden, während der Verweildauer des Strahls auf dem Pixel  $\longrightarrow$  Ladung  $n(i,j)$
- Lokale Bildintensität  $I(i,j)$  ist durch gemessene Ladung  $n(i,j)$  bestimmt  
kleine Ladung  $\longrightarrow$  dunkles Pixel  
große Ladung  $\longrightarrow$  helles Pixel

# 1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops

Basis der Verbesserung des Auflösungsvermögens: Welle-Teilchen Dualismus  
(de Broglie, 1924)

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

$\lambda$ : Wellenlänge

$p$ : Impuls

$h$ : Planck'sche Konstante  $1,05 \cdot 10^{-34}$  Nms ( $6,5 \cdot 10^{-16}$  eVs)

$e$ : Elektronenladung

$U$ : Beschleunigungsspannung

Kleine Wellenlänge



Strahl kann auf kleineren Durchmesser fokussiert werden

Impuls und Wellenlänge eines im Vakuum mit der Spannung  $U$  beschleunigten Elektrons

$$eU = \frac{p^2}{2m} \longrightarrow p = \sqrt{2eUm} \longrightarrow \lambda = \frac{h}{\sqrt{2eUm}}$$

Bei  $U = 30000$  V (30 kV) hohe Elektronengeschwindigkeit  $\longrightarrow$  relativistische Rechnung

$m_0$ : Elektronenruhemasse

$c$ : Lichtgeschwindigkeit

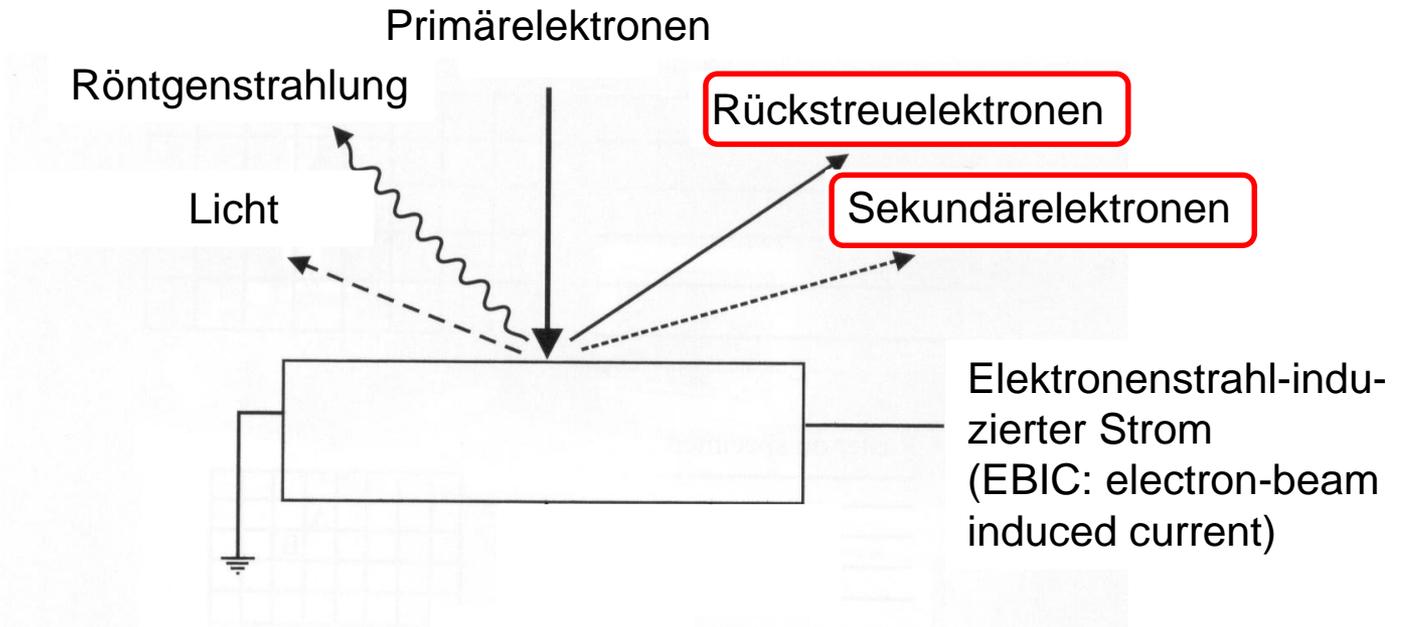
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU \left( 1 + \frac{eU}{2m_0c^2} \right)}}$$

$$\lambda(1 \text{ kV}) = 39 \text{ pm} = 39 \cdot 10^{-12} \text{ m}$$

$$\lambda(30 \text{ kV}) = 7 \text{ pm} = 7 \cdot 10^{-12} \text{ m}$$

## 1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Nutzbare Signale im Rasterelektronenmikroskop:



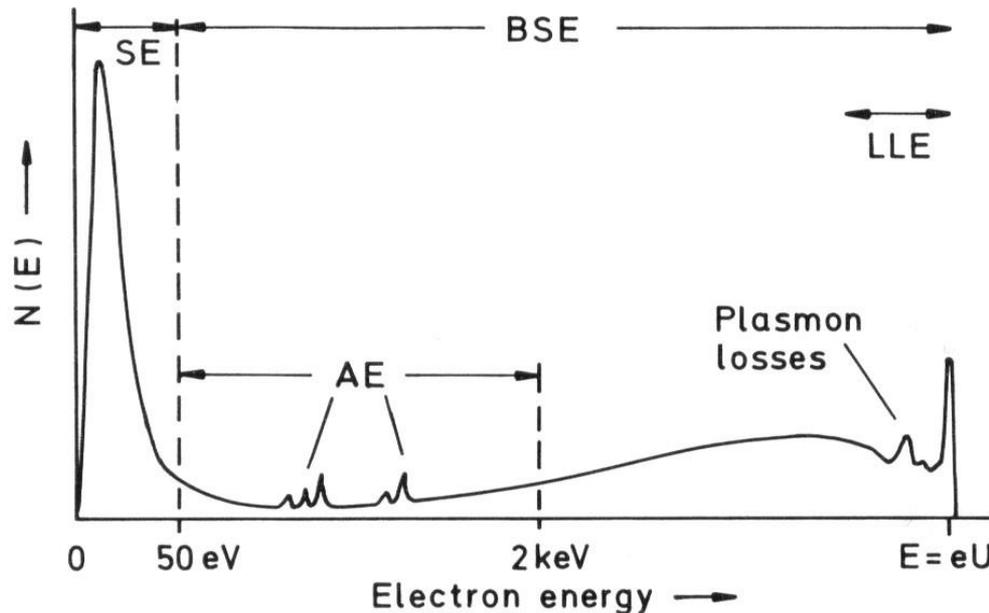
Adaptiert nach P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, Electron Microscopy and Analysis

Abbildung mit

- Sekundärelektronen ( $E_{\text{kin}} < 50 \text{ eV}$ ) (engl. secondary electrons, SE)
- Rückstreuelektronen ( $E_{\text{kin}} \geq 50 \text{ eV}$ ) (engl. backscattered electrons, BSE)

## 1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Anzahl von Sekundär- und Rückstreuelektronen als Funktion der Elektronenenergie



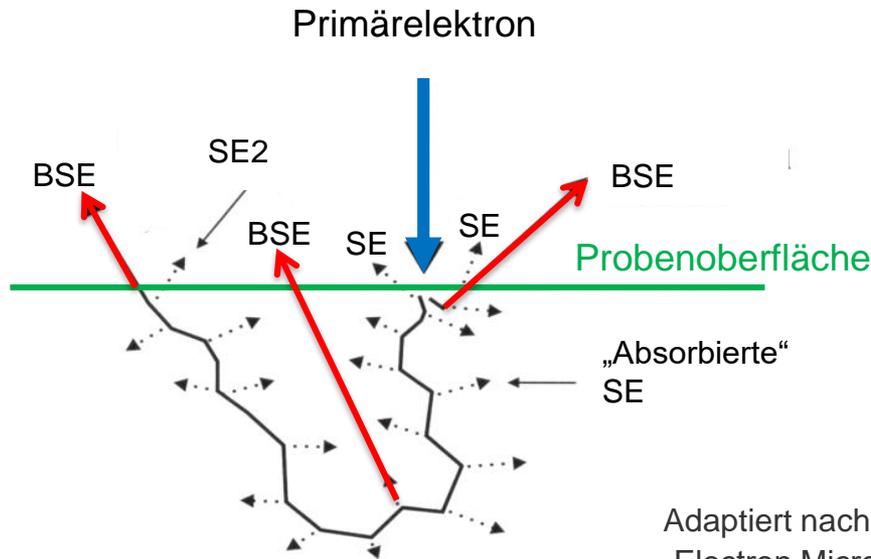
**Fig. 1.6.** Energy spectrum of electrons emitted consisting of secondary electrons (SE) with  $E_{SE} \leq 50$  eV, low-loss electrons (LLE) with energy losses of a few hundreds of eV, backscattered electrons (BSE) with  $E_{BSE} > 50$  eV, Auger electrons (AE)

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb.1.6

Die überwiegende Mehrheit der emittierten Elektronen hat niedrige Energien im Vergleich zur Primärelektronenenergie

# 1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

## Trajektorie eines Primärelektrons

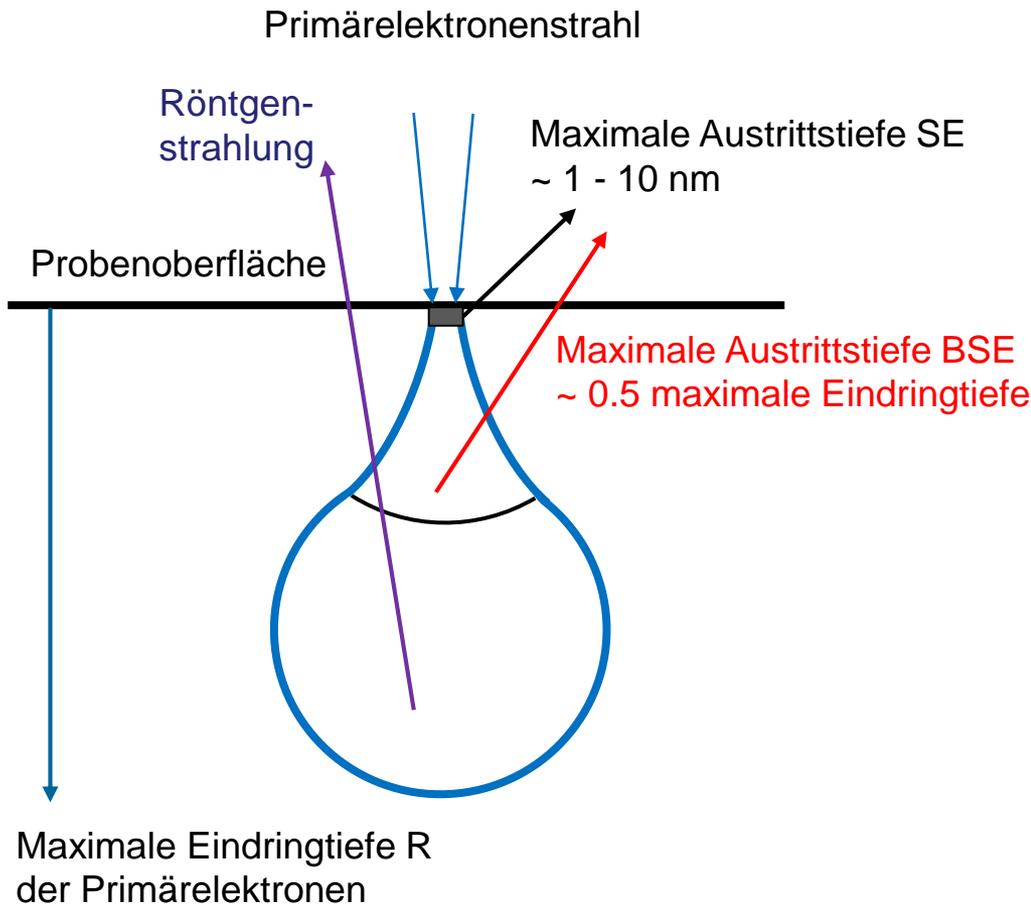


SE: Sekundärelektronen  
SE2: SE, die durch Rückstreuerelektronen erzeugt werden  
BSE: Rückstreuerelektronen (backscattered electrons)

Adaptiert nach Goodhews, Humphreys, Beanland, „Electron Microscopy and Analysis“, Abb. 5.7a

- **elastische** Streuprozesse: Impuls- und Energieerhaltung  
klassische Mechanik: Stoßprozesse zwischen 2 sehr unterschiedlich schweren Stoßpartnern (Elektron und Atom)
  - Energieübertrag  $\Delta E$  vom Elektron an Atom  $\approx 0$  eV  
Jedoch substantieller Energieverlust bei Elektron-Elektron Streuung
- **inelastische** Streuprozesse: keine Impuls- und Energieerhaltung
  - Primärelektronen verlieren immer Energie  $\Delta E > 0$  (Energieverlust hängt von der Art des Streuprozesses ab)

# Kapitel 1.2: Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe



- Wechselwirkungsvolumen: Einhüllendes Volumen der Elektronentrajektorien
  - Eindringtiefen zwischen 100 nm und mehreren  $\mu\text{m}$  abhängig von
    - Dichte, mittlerer Ordnungszahl, Atomgewicht des Probenmaterials
    - Primärelektronenenergie  $E_0$typische Eindringtiefe  $\sim 1\ \mu\text{m}$  bei bei 10 keV Elektronenenergie
- Empirische Gleichungen für R (L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Chapter 3.4.1)
- *Hochauflösende REM nur mit Sekundärelektronen, die in der Nähe der Oberfläche nahe dem Primärelektronenstrahl erzeugt werden*
  - Chemische Analyse durch Analyse der charakteristischen Röntgenstrahlung, die durch Elektronenanregung erzeugt wird

# Zusammenfassung

---

- Funktionsweise eines Rasterelektronenmikroskops: Elektronenoptik zur Erzeugung eines fokussierten Elektronenstrahls; Erzeugung von Abbildungen ohne abbildendes Linsensystem durch Detektion von aus der Probe emittierten Elektronen; kontinuierlich variierbarer Vergrößerungsbereich
- Erzeugung unterschiedlicher Signale (Photonen, Röntgenstrahlung und Elektronen) durch Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Festkörper → Rasterelektronenmikroskope sind vielseitig nutzbare Analysegeräte
- Erzeugung von Abbildungen durch aus der Probe emittierte Elektronen mit niedriger (Sekundärelektronen) und/oder hoher (Rückstreuielektronen) kinetischer Energie
- Die Einhüllende der Trajektorien der Primärelektronen in der Probe wird als Wechselwirkungsvolumen bezeichnet, das in der Regel wesentlich größer als der Elektronenstahldurchmesser ist
- Abbildungen mit Rückstreuielektronen haben eine wesentlich schlechtere räumliche Auflösung als Abbildungen mit Sekundärelektronen, die aufgrund Ihrer niedrigen Energie nur in der Nähe der Oberfläche aus der Probe austreten können.