

Bitte nehmen Sie an der Lehrevaluation teil:

Lehrevaluation zur Elektronenmikroskopie 2 Vorlesung und Übung:

Vorlesung

https://onlineumfrage.kit.edu/evasys/public/online/index/index?online_php=&p=X4PNR&ONLINEID=190920530702867850020766684166485211737381

Übung

https://onlineumfrage.kit.edu/evasys/public/online/index/index?online_php=&p=J16M4&ONLINEID=98807113285051178643150699625388215884683

Vielen Dank!!!

Elektronenmikroskopie II

Yolita Eggeler

Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM),

yolita.eggeler@kit.edu

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

3. Raster*transmission*elektronenmikroskopie

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)

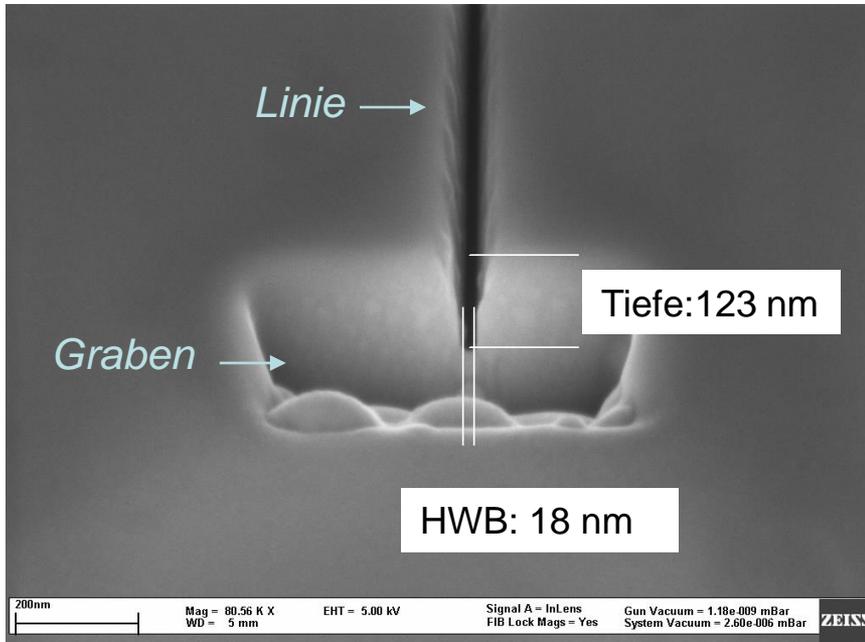
4.4 Wellenlängendispersive Röntgenanalyse
(WDXS: wavelength-dispersive X-ray spectroscopy)

4.5 Elektronenenergie-Verlustspektroskopie
(EELS: electron energy loss spectroscopy)

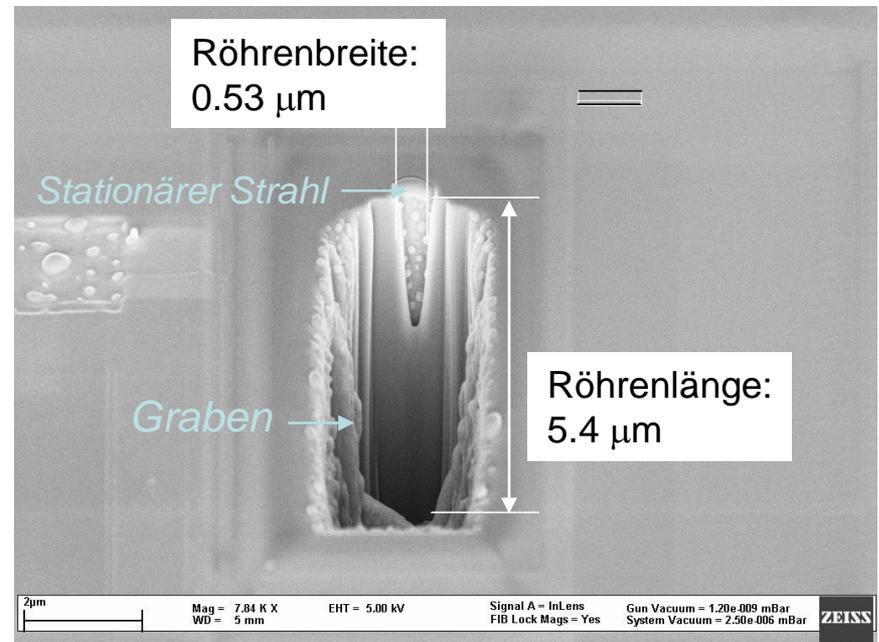
2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Herstellung von Nanostrukturen durch Sputtererosion

Test: Bestimmung der Ionenstrahlschärfe



Test: Stationärer Strahl (Sputterprozess)



Aspektverhältnis: 10

- Minimale Strukturgrößen bestimmt durch Ga^+ -Strahlprofil
- Herstellung von Strukturen mit großem Aspektverhältnis von 10 möglich (Aspektverhältnis: Verhältnis von Strukturtiefe/Strukturbreite)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

Sputterrate (Anzahl der abgetragenen Oberflächenatome / Zeit)

$$\frac{dN}{dt} = Y \frac{dN_0}{dt}$$

$\frac{dN_0}{dt}$: Auftreffrate der Primärionen

Y: Proportionalitätskonstante = Sputterausbeute

(Anzahl abgetragener Oberflächenatome / Ion)

Abschätzung der Sputterausbeute (Targetmaterial aus einem Element)

$$Y(E_0) \propto \frac{\left[\left(\frac{dE}{dz} \right)_n \right]_{z=0}}{E_b}$$

E_0 : Primärionenenergie

$\frac{dE}{dz}_n$: Kernabbremmung

E_b : Bindungsenergie eines Oberflächenatoms (näherungsweise Sublimationsenergie)

$$E_{b,\text{Si}} = 7.8 \text{ eV}, E_{b,\text{Al}} = 3.8 \text{ eV}$$

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

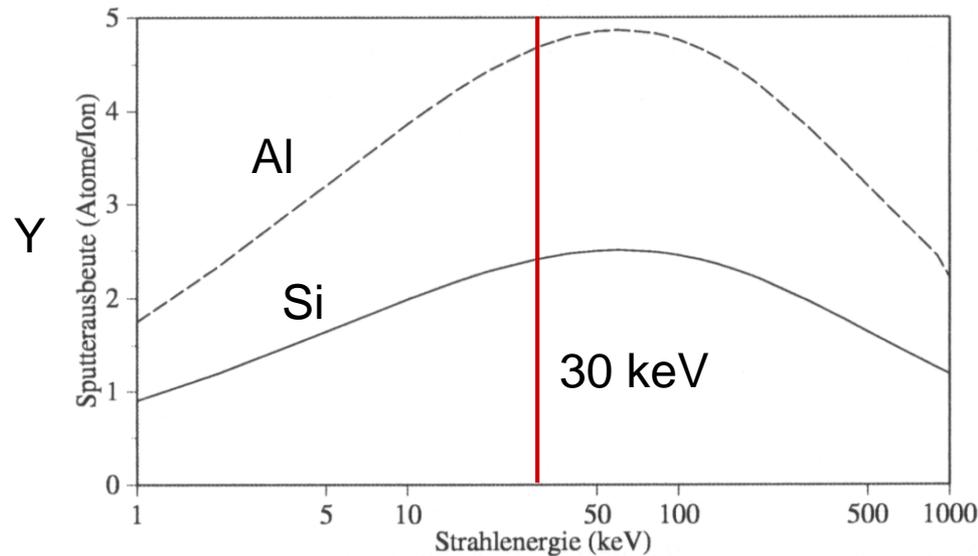


Abb. 2.3: Theoretische Sputterausbeute von Silicium (durchgezogene Linie) und Aluminium (gestrichelte Linie) in Abhängigkeit von der Energie der einfallenden Galliumionen

S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Abb.2.3

- Anstieg von Y bei kleinen E_0 durch Zunahme des Energieübertrags an Oberflächenatome
- Abnahme von Y bei größeren Ionenenergien durch Zunahme der Eindringtiefe (reduzierte Streuwahrscheinlichkeit)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

Fig. 2-64.

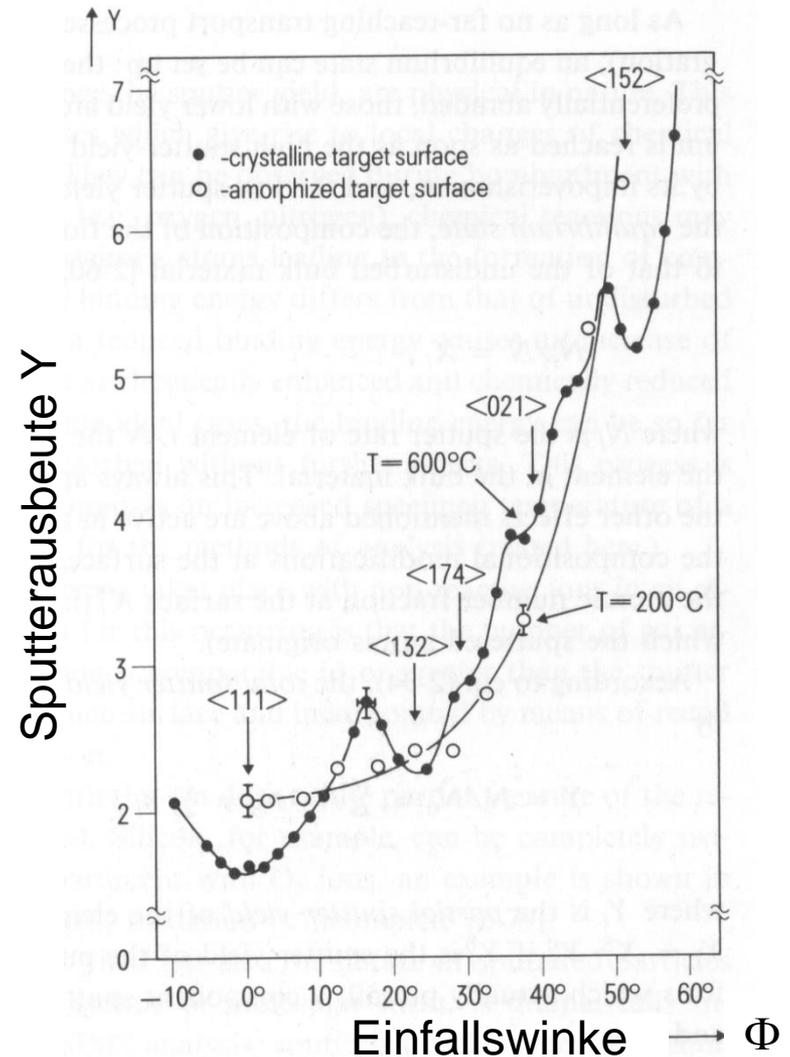
Sputter yield Y (atoms/ion) of an Si (111) surface as a function of the angle of incidence ψ for 30 keV Ar^+ ions; tilt axis $\langle 112 \rangle$ [2-77]. At the lower specimen temperature (200°C) the single crystal surface is amorphized by the ion bombardment.

0 Grad entspricht senkrechtem Einfall

- Sputterausbeute als Funktion des Einfallswinkels Φ bei amorphen Oberflächen

$$Y \propto \frac{1}{\cos \Phi}$$

- bei kristallinen Objekten:
Channeling Effekt bei niedrig indizierten Kristallrichtungen



Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.2.64

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Sputtererosion unter Channeling Bedingungen

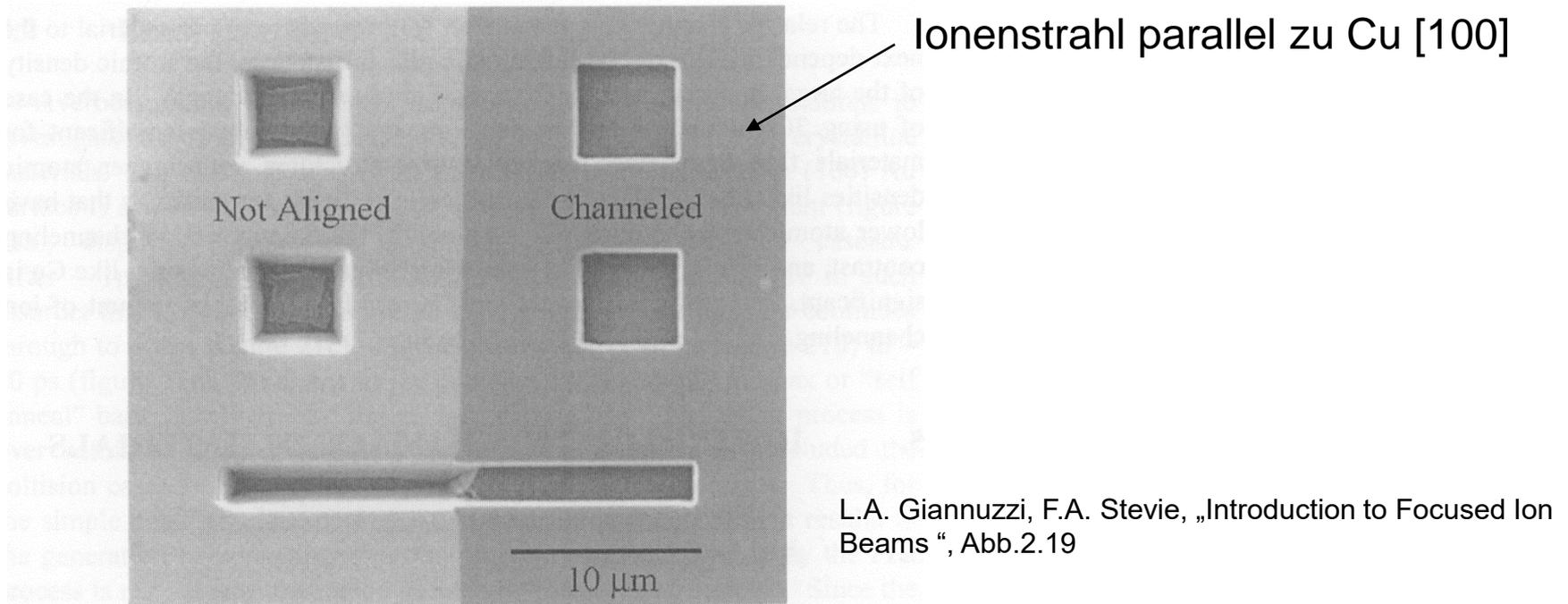


Figure 2-19. Secondary electron FIB image of milled trenches in a Cu bicrystal indicating differences in sputtering yield with channeling effects.

Bessere Qualität der gefrästen Strukturen bei Ausrichtung des Ionenstrahls parallel zu niedrig-indizierter Kristallrichtung, z.B. [100] oder [110]

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Sekundärelektronen (SE) und Abbildung mit SE

- SE Erzeugung durch Ionen in Analogie zu SE Erzeugung durch Elektronen
→ *Ionen-induzierte SE Abbildungen*
- Auflösung begrenzt durch minimalen Ionenstrahldurchmesser von ca. 3-4 nm
- γ = SE Ausbeute durch Ionen: Anzahl der Sekundärelektronen/Ga⁺-Ion (auch von Proben-

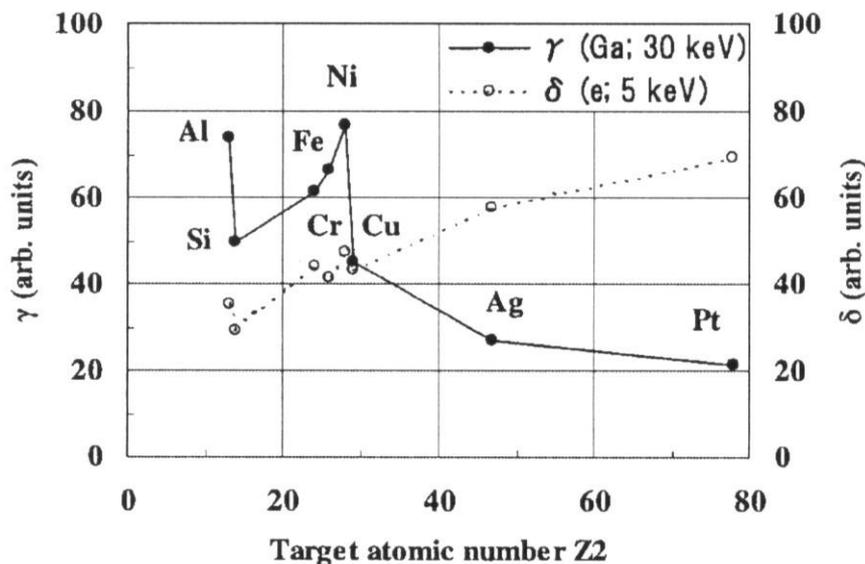


Fig. 1 Relative SE intensities as a function of Z_2 for the Ga-SIM and SEM images.

Ishitani et al., J. Electron Microscopy 51 (4), 207 (2002)

Vergleich SE Ausbeute:
30 keV Ga⁺-Ionen γ
5 keV Elektronen δ

- Ordnungszahlabhängigkeit für SE Ausbeute durch Elektronen und Ga⁺-Ionen gegenläufig
- SE Ausbeute für Ga⁺-Ionen durch Konzentration der Leitungsbandelektronen beeinflusst (vergl. Al, Si, Ni)

→ Weitere Untersuchungen des Verhaltens der SE Emission notwendig

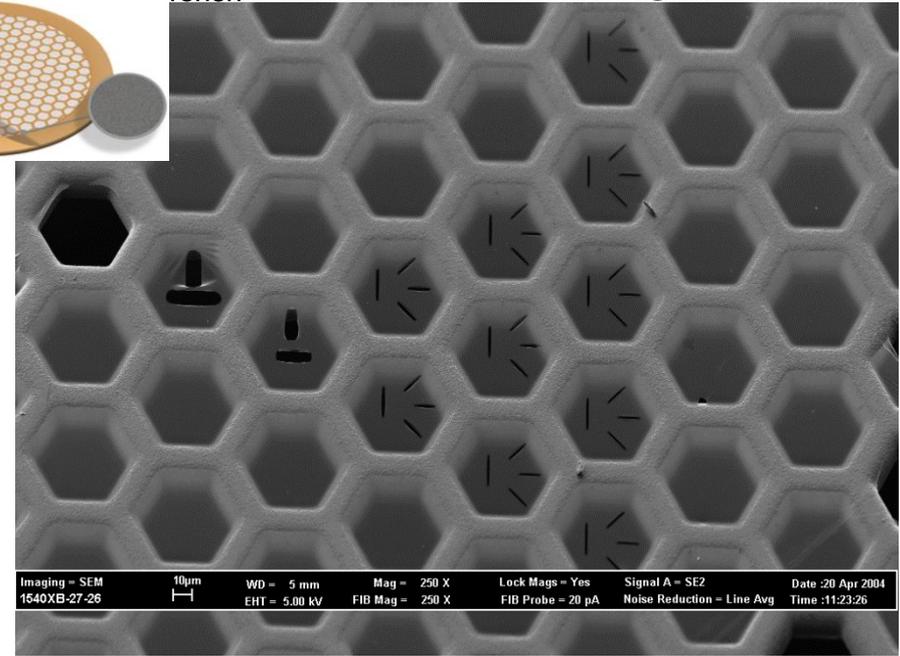
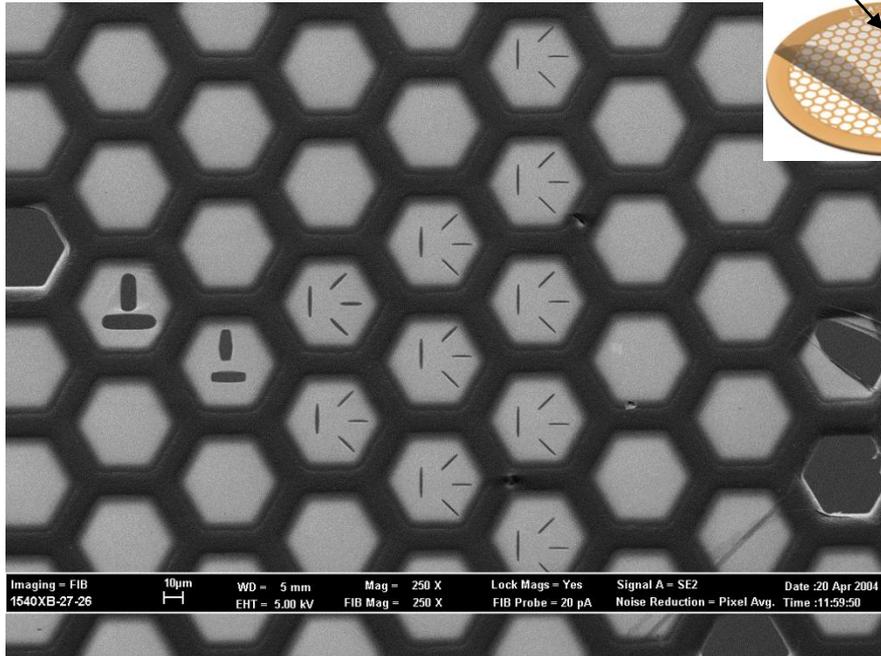
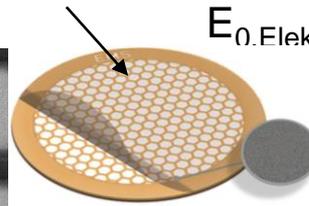
2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Vergleich Ga⁺-induzierte und Elektronenstrahl-induzierte SE Abbildung

Primärstrahl: Ga⁺,
E_{0,Ga} = 30 keV SE Abbildung

Objekt: 10 nm dünner
Kohlenstofffilm auf Cu-
Netz

Primärstrahl: e⁻
E_{0,Elektronen} = 5 keV SE Abbildung

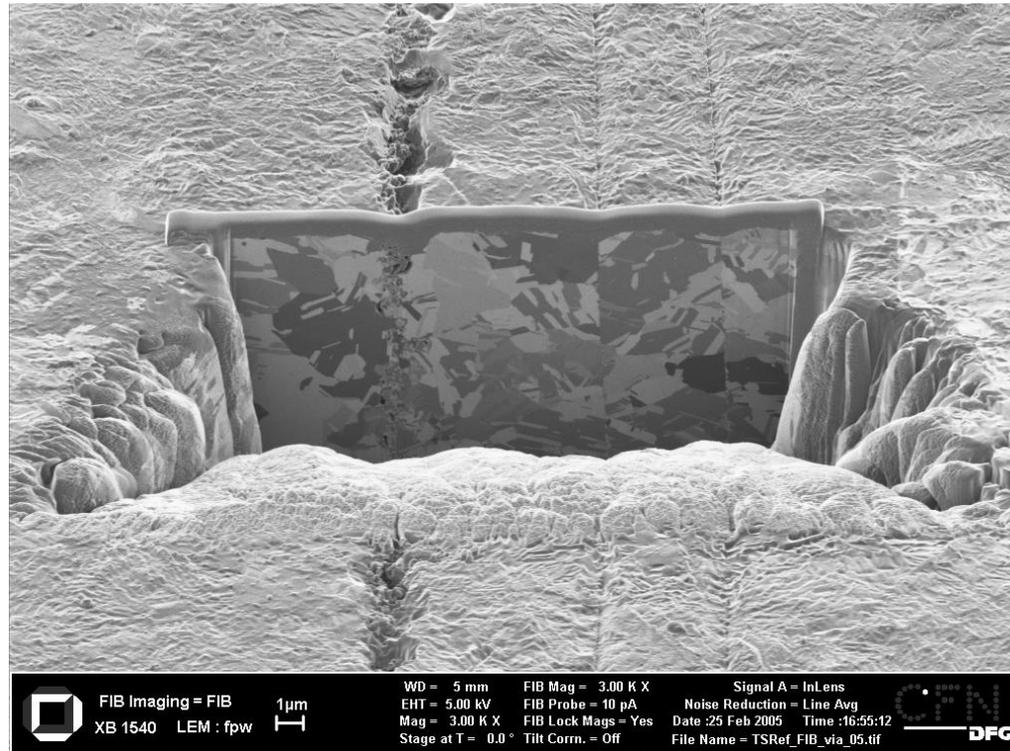


Objekt: ca. 10 nm dünner Kohlenstofffilm auf Cu-Netz

Frage: Warum invertiert SE Kontrast bei Ionen-induzierter SE Abbildung im Vergleich zu Elektronen-induzierter SE Abbildung? Die gefrästen Strukturen im C-Film sind nicht von Interesse.

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Ga⁺-induzierte SE Abbildung: Channeling Kontrast



- Ausgeprägter Channelling Kontrast mit Sekundärelektronen
- geringere Auflösung als bei Elektronenstrahl-induzierter SE Abbildung
- Abbildung mit Schädigung der Oberfläche und Materialabtrag verbunden!

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Gitterdefekten/Schädigung

Anzahl der verlagerten Atome (Abschätzung)

$$N_d = \frac{E_0}{E_b}$$

E_0 : Primärionenenergie

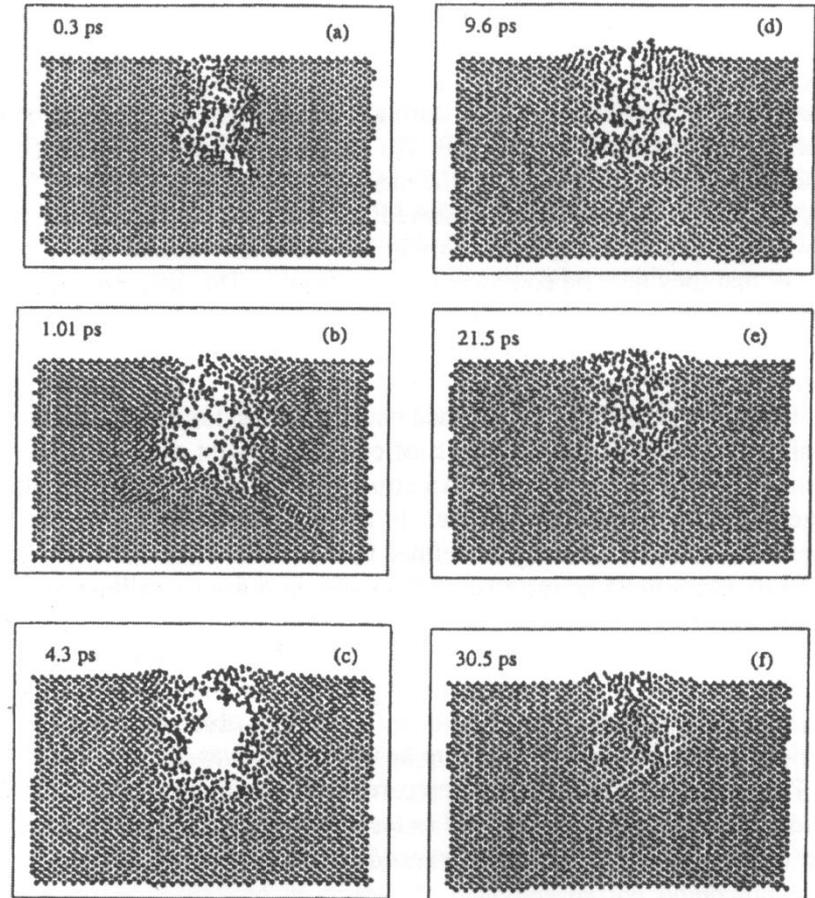
E_b : Bindungsenergie der Atome

- Ein 30 keV Ga⁺-Ionen kann bis zu 1923 Si-Atome verlagern ($E_{b,\text{Si}}=15.6$ eV)!
- ein verlagertes Atom mit hinreichend hoher kinetischer Energie kann weitere Atome verlagern → Schädigungskaskade
- Überlappung von Schädigungskaskaden für ca. 10^{14} Ionen/cm²
→ Amorphisierung des Probenmaterials

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Gitterdefekten/Schädigung

- Primäre Prozesse: Erzeugung von Leerstellen und Zwischengitteratomen (Frenkel Paare), Implantation
- Entstehung einer Schädigungskaskade: Erzeugung von weiteren Defekten durch Zwischengitteratome mit hinreichend großer kinetischer Energie
- Amorphisierung bei Überlappen von Schädigungskaskaden, (Teil)kristallisation ist möglich durch Wärmeerzeugung während der Schädigung



L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.2.21

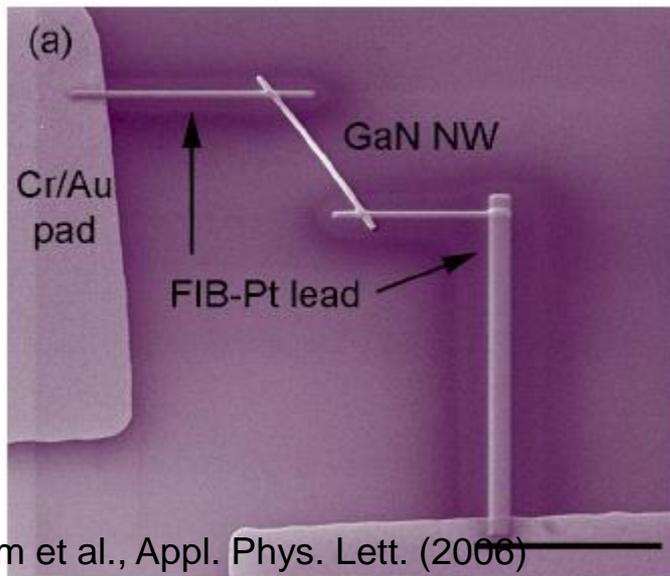
Figure 2-21. MD simulation of a 10 keV Au particle on a (100) Au surface (Averbeck et al., 1994, used with permission, Journal of Applied Physics, © American Institute of Physics)

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

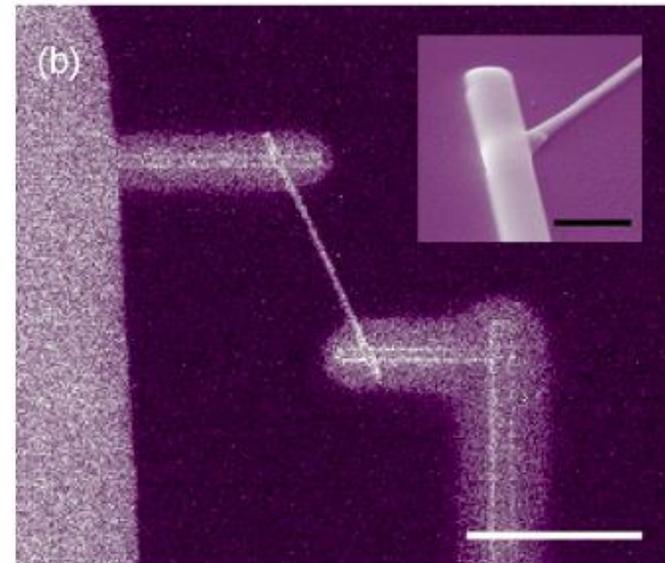
Ionenstrahl (FIB)-induzierte Abscheidung von Materialien

Anwendungen:

- Reparatur von Fotolithographie- und Röntgenmasken
- Modifikation von Bauelementen
- Schutzschichten bei der TEM Probenpräparation mit FIB
- Kontaktierung von Nanostrukturen (z.B. Nanodrähten)
-

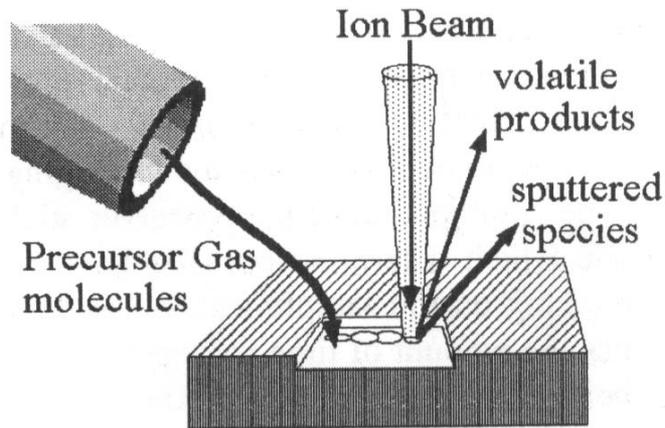


Nam et al., Appl. Phys. Lett. (2006)



2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

FIB-induzierte Abscheidung, FIB-induziertes Ätzen



Zum Beispiel

Vorläufergas für W-Abscheidung: $W(CO)_6$

Vorläufergas für Pt-Abscheidung $(CH_3)_3(CH_3C_5H_4)Pt$

Ätzgas XeF_2 (verstärkt die Sputtererosion, größer Sputterraten)

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.3.2

Figure 3.2. Schematic drawing of deposition/controlled material removal process. The enhanced etch process is shown. If adsorbed gas decomposes to non-volatile products, then deposition will take place.

- Zufuhr eines Vorläufergases (Precursors) oder eines Ätzgases mit einem Gasinjektionssystem in die Nähe der Probenoberfläche
- Adsorption von Gasmolekülen an der Probenoberfläche
- Wechselwirkung zwischen Ga^+ -Ionen und adsorbierten Molekülen \longrightarrow Zerfall der Gasmoleküle
- Abscheidung nichtflüchtiger Komponenten durch Desorption flüchtiger Anteile des Vorläufergases
- Verstärkter Materialabtrag (Sputtererosion) durch Ätzgas

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

FIB-induzierte Abscheidung, CAD (computer-aided design) Abscheidung

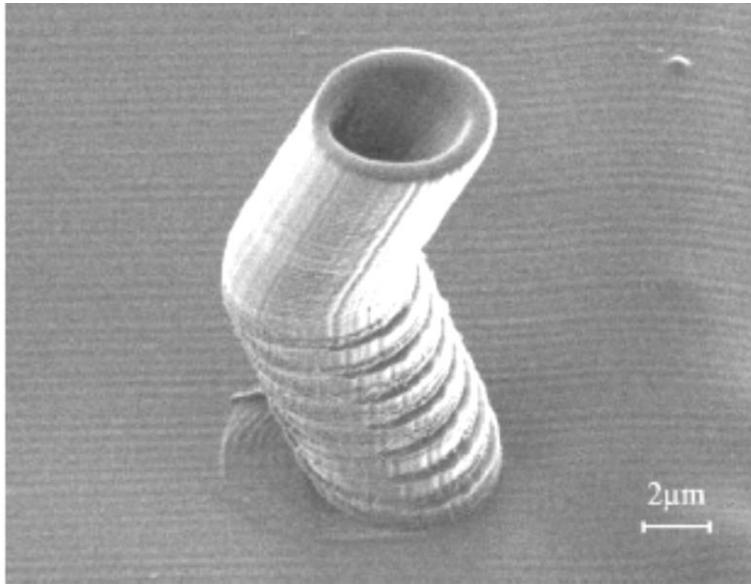


Fig. 4. Bent hollow tube. The outer diameter is $4.8 \mu\text{m}$; total height is $14.5 \mu\text{m}$.

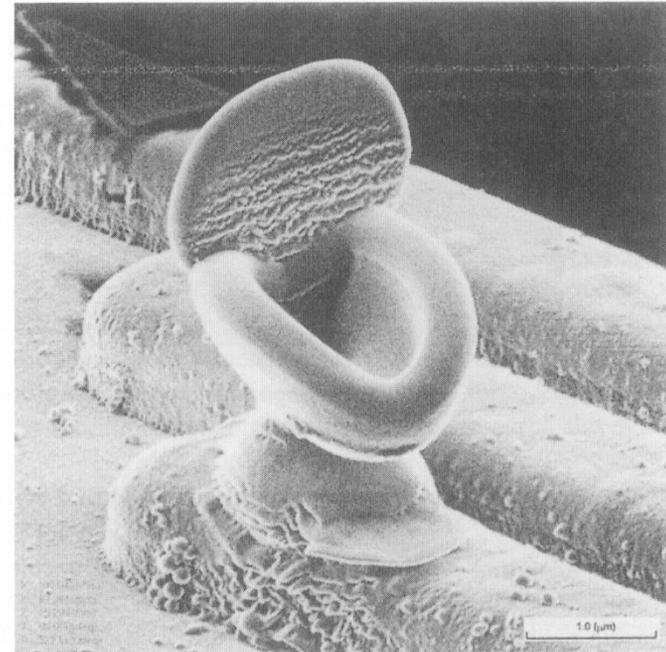
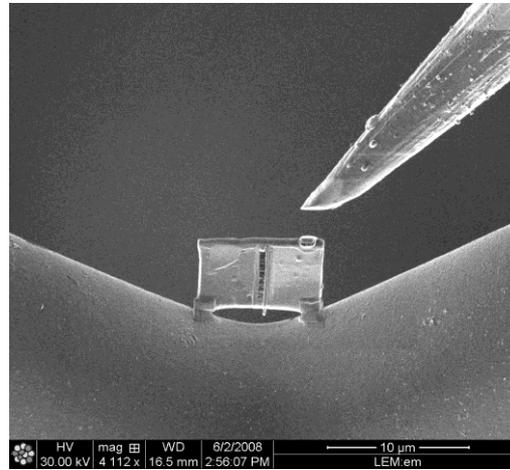
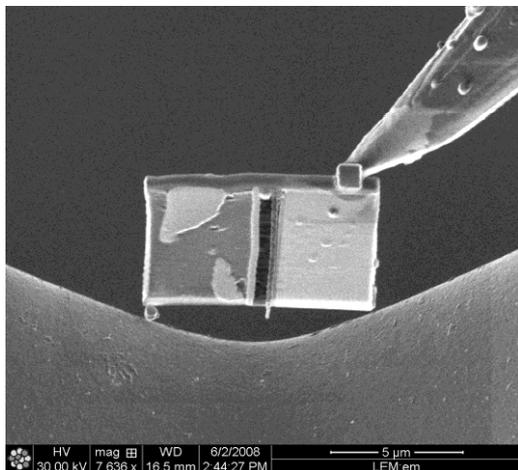
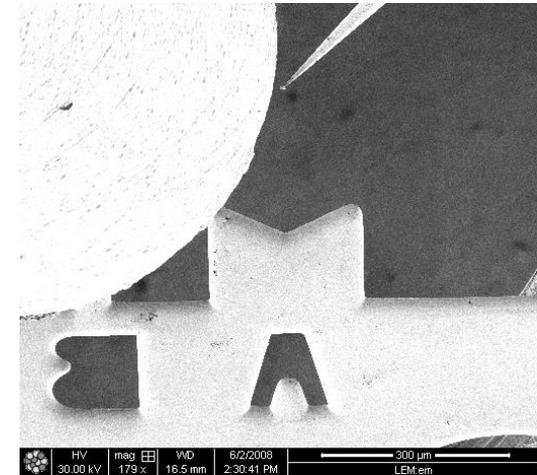
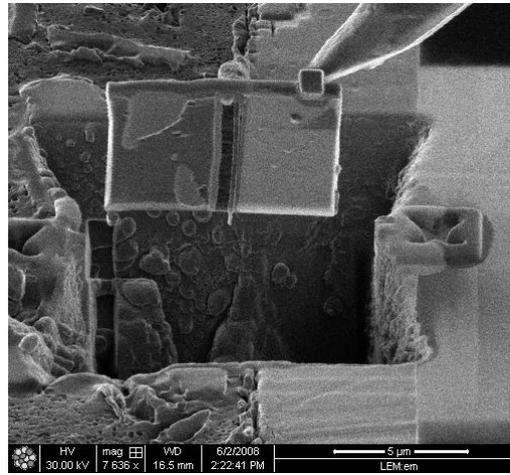
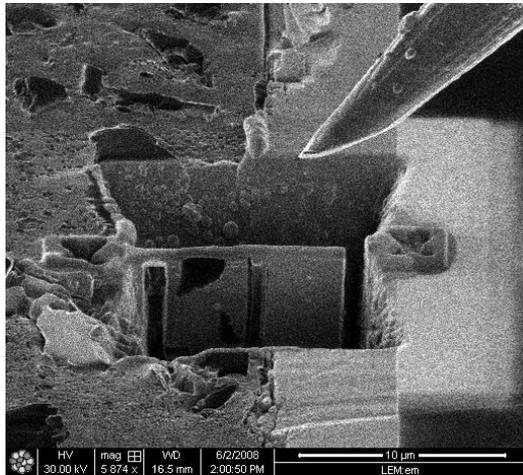


Figure 4-9. 3D FIB fabrication performed automatically from the CAD drawing in figure 8.

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Fig. 4.9

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Zielpräparation von elektronentransparenten Proben für die (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie



E. Müller, LEM

Am Ende weitere Dünnung (Politur) bis auf ca. 50 – 100 nm Dicke mit niederenergetischen Ga⁺-Ionen unter streifendem Einfall

Rasterionenmikroskopie

- Rasterionenmikroskope sind vielseitig einsetzbar und werden meistens in Kombination mit Rasterelektronenmikroskopen betrieben (*FIB/SEM-Systeme*)
- Schädigung durch hochenergetische Ionen: Bildung von Frenkelpaaren (Paaren aus Leerstellen und Zwischengitteratomen), Schädigungskaskaden durch Zwischengitteratome mit hohen kinetischen Energien, Amorphisierung des Materials bei hohen Ionendichten pro Fläche
- Präparation von dünnen Lamellen für die (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie)

Elektronenmikroskopie II

Yolita Eggeler

Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM),

yolita.eggeler@kit.edu

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

3. Raster*transmission*elektronenmikroskopie

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)

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie

STEM: scanning transmission electron microscopy

Ziele dieses Kapitels:

- Vorinformation zum 4. Kapitel, in der die Elektronenenergie-Verlustspektroskopie (EELS: electron energy loss spectroscopy) vorgestellt wird
- EELS Untersuchungen sind nur an dünnen Proben im Transmissionselektronenmikroskop möglich und nicht an massiven (bulk) Proben im Rasterelektronenmikroskop
- Darstellung der technische Realisierung von STEM im Transmissionselektronenmikroskop
- **Nicht** Kontrastentstehung in STEM Abbildungen → Elektronenmikroskopie I

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie

Ähnlichkeiten

Elektronenquelle → erzeugt Elektronenstrahl

Linsensystem → bildet das Bild der Elektronenquelle auf der Probe ab.

Elektronensonde rastert über die Probe → Ablenkungsspulen für die Abtastung

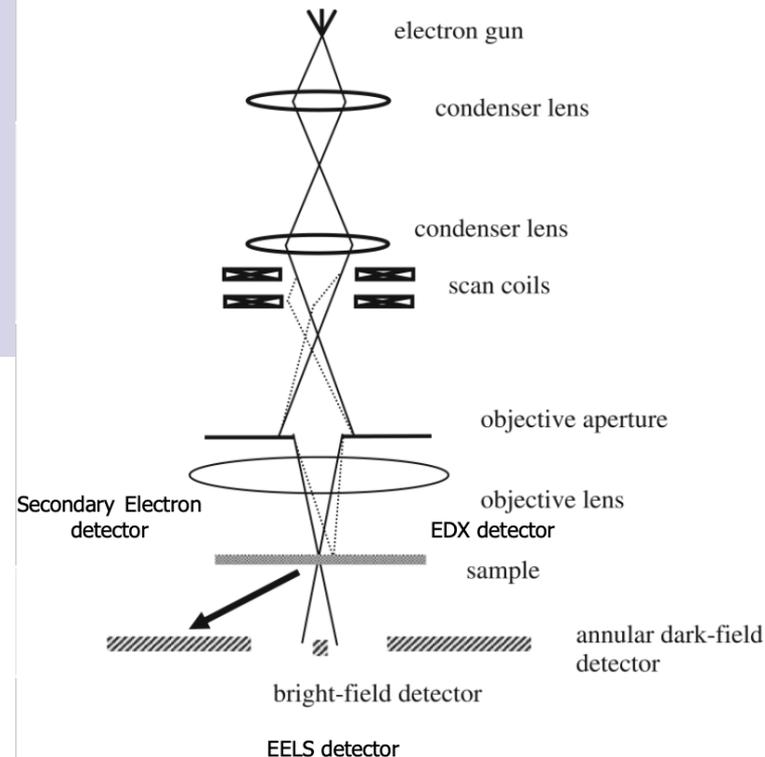
Gestreute Elektronen werden detektiert

Bild: Intensität in Abhängigkeit von der Position der Sonde dargestellt.

Unterschiede

REM (1-30kV): Untersuchung von Bulk-Proben → rückgestreute/sekundäre Elektronen werden detektiert.

STEM (30-300kV): elektronentransparente Proben werden durchstrahlt → Detektoren sind hinter der Probe platziert.



3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)



Experimentelle Parameter

- 80 keV – 300 keV Elektronenenergie
- Feldemissionskathode (~ 0.8 eV FWHM der Elektronenenergieverteilung)
- Beste Geräte: Auflösung $0,5 \text{ \AA}$ bei sehr dünnen (!) Proben
Elektronenstrahldurchmesser $< 0,5 \text{ \AA}$



Kombiniertes (Raster)Transmissionselektronenmikroskop TEM/STEM Philips CM 20 mit (abbildendem) Elektronenenergie-Verlustspektrometer (Abbildung rechts)

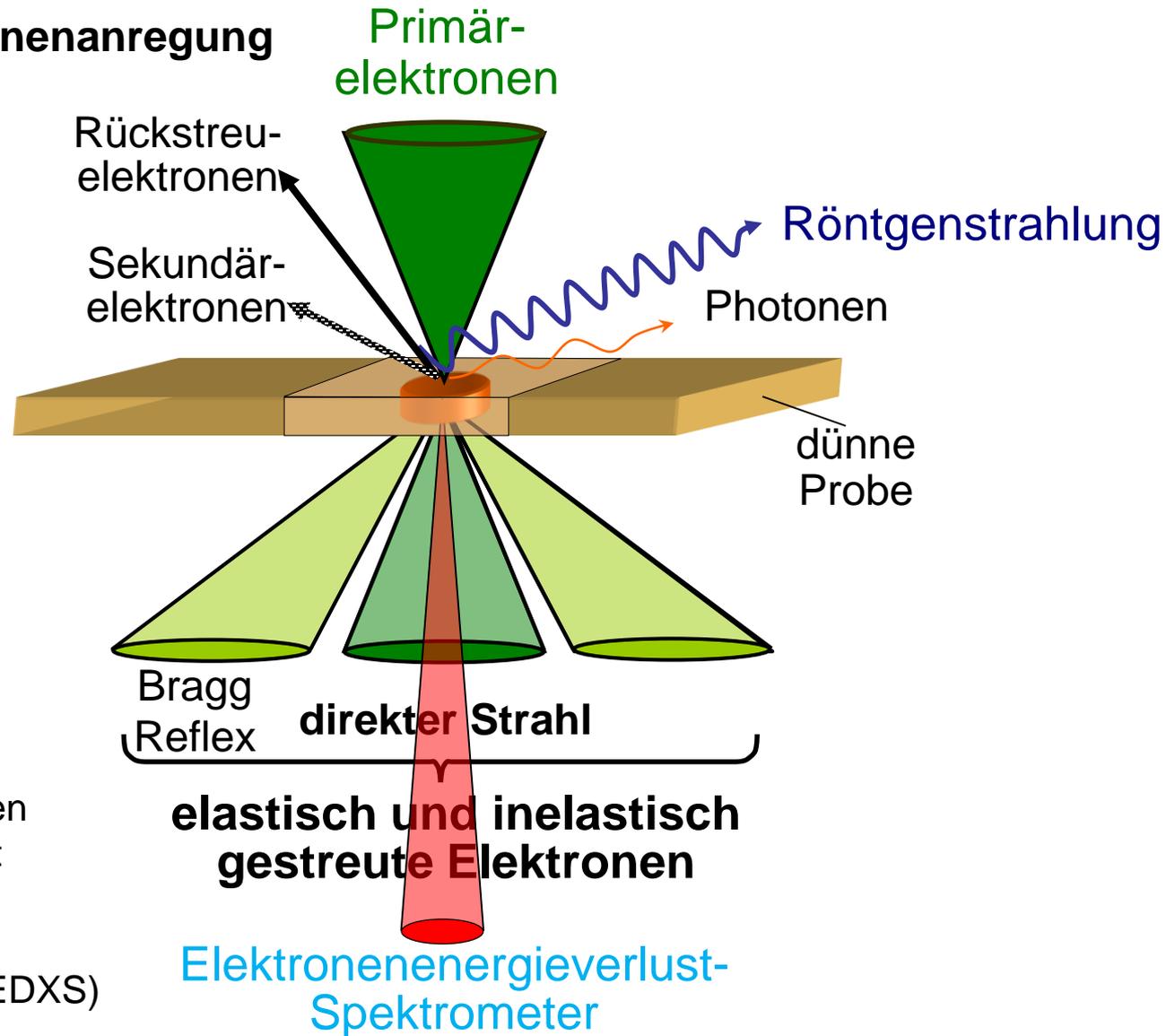
3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

Signale durch Elektronenanregung

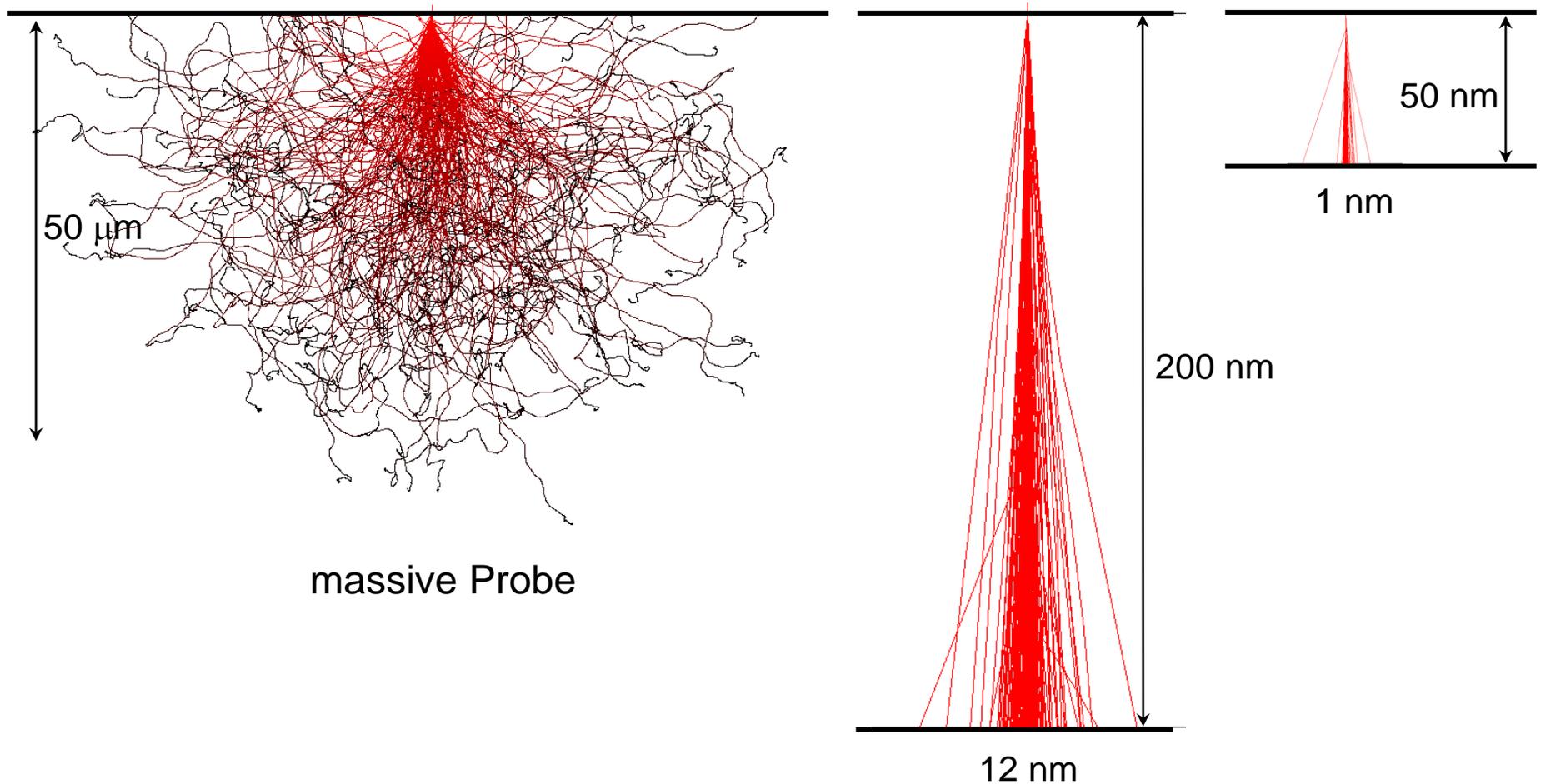
Elektronenenergie:
80 - 300 keV

Elektronentransparente
Proben

- Chemische Analysen
- Elektronische Eigenschaften
- Elektronenenergieverlust
Spektroskopie (EELS)
- Energiedispersive
Röntgenspektroskopie (EDXS)



3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

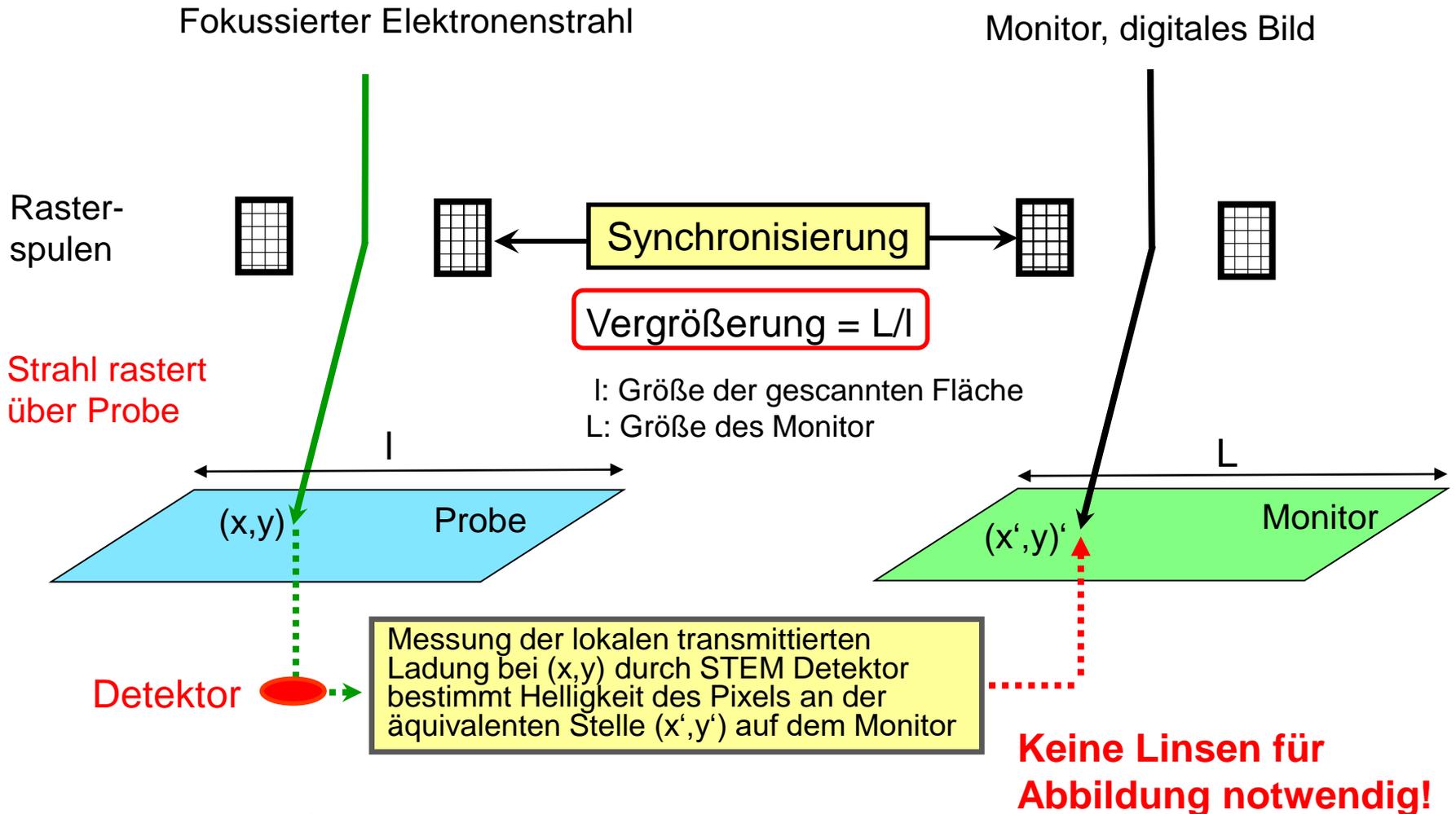


Strahlaufweitung in Si als Funktion der Probendicke bei 100 keV Primärelektronenenergie, massive Probe, dünne Folie mit 200 nm bzw. 50 nm Dicke

STEM Auflösung von Durchmesser des Elektronenstrahls und Probendicke bestimmt

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

Prinzip der Bilderzeugung

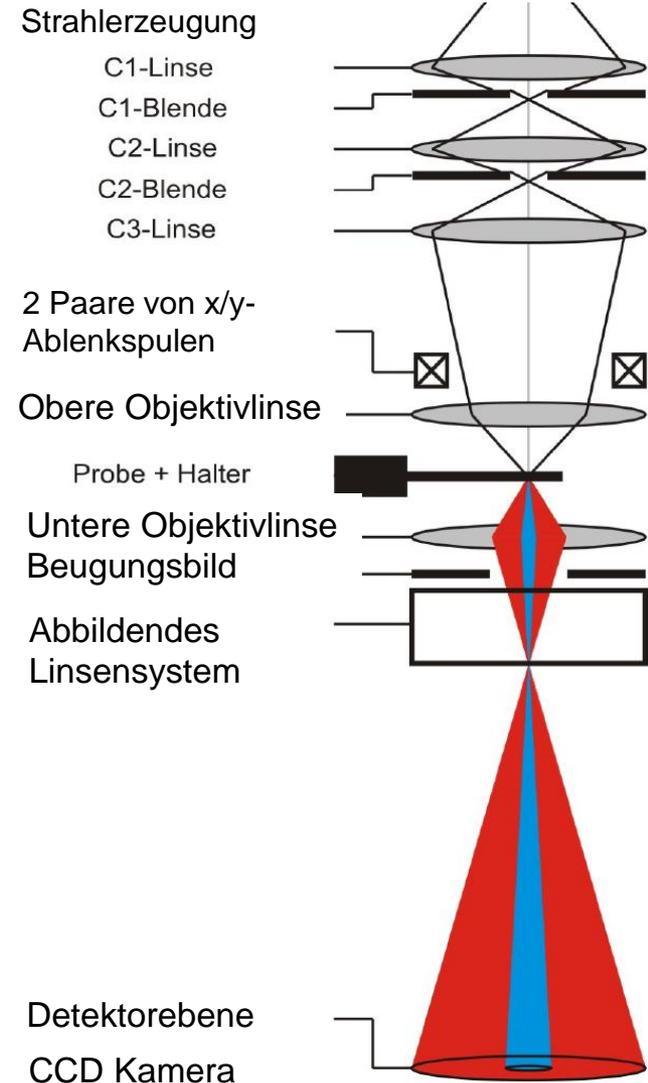


Adapted from Williams, Carter, *Transmission Electron Microscopy*, Abb. 9.17

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

STEM-Betrieb im Transmissionselektronenmikroskop

- Erzeugung eines fokussierten Elektronenstrahls („Sonde“)
- Konvergenzwinkel der Sonde durch Durchmesser der C2-Blende bestimmt
- Strahl muss während des Scannens parallel zur optischen Achse sein: Rasterung der konvergenten Sonde zur Bilderzeugung im STEM-Modus durch zwei Paare von x/y-Scanspulen zwischen unterster Kondensorlinse und Objektivlinse
- Probe befindet sich im Feld der Objektivlinse
- In der Brennebene der Objektivlinse entsteht das *Beugungsbild* (CBED: convergent beam electron diffraction) der Probe
- abbildendes Linsensystem (Projektivlinsen) bildet Beugungsbild in die Detektorebene ab, Variation der Vergrößerung des Beugungsbildes *über große Bereiche möglich*

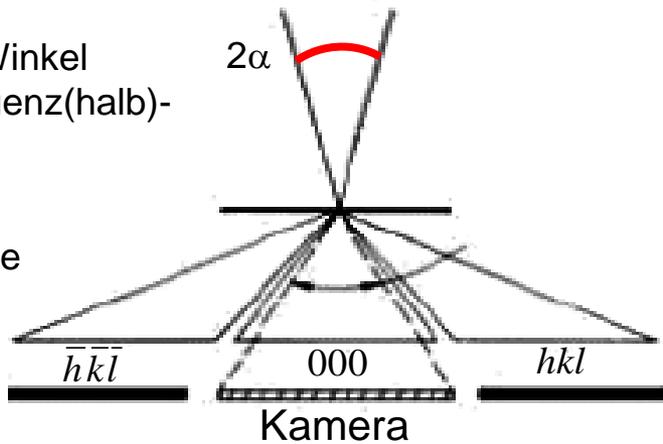


3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

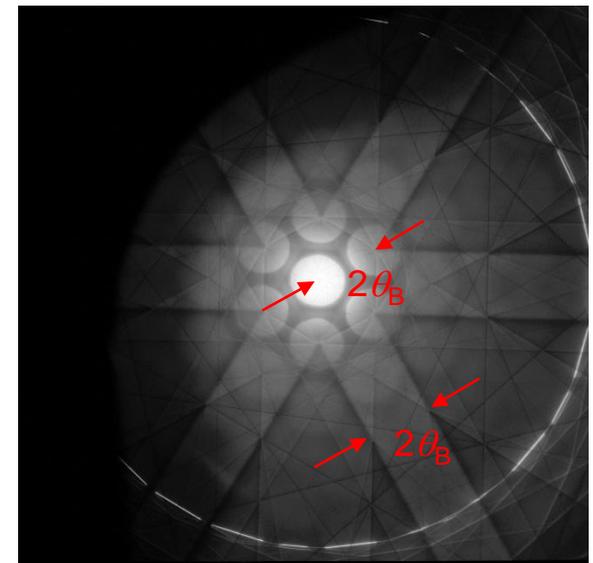
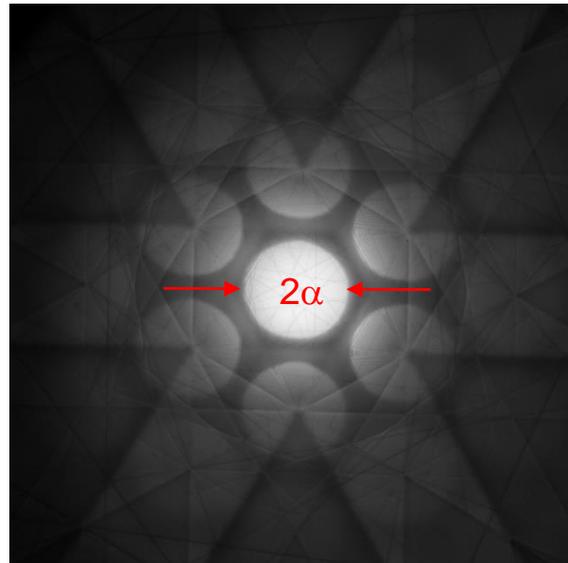
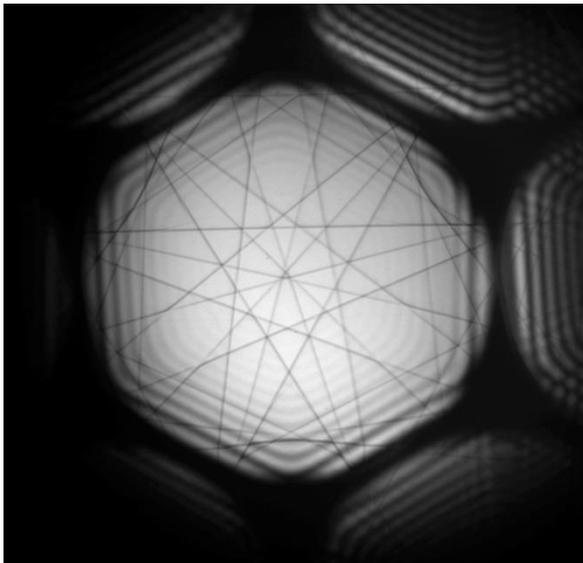
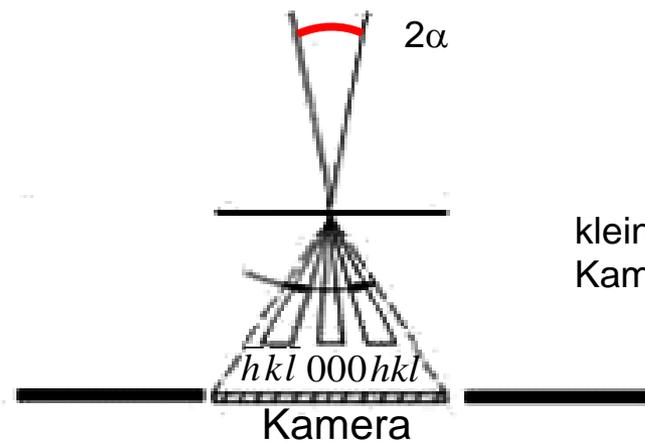
Abhängigkeit der STEM-Abbildungsbedingungen / detektierte Streuwinkelbereiche von der ausgewählten Kameralänge (Vergrößerung des Beugungsbildes)

θ_B : Bragg Winkel
 α : Konvergenz(halb)-winkel

große Kameralänge



kleine Kameralänge

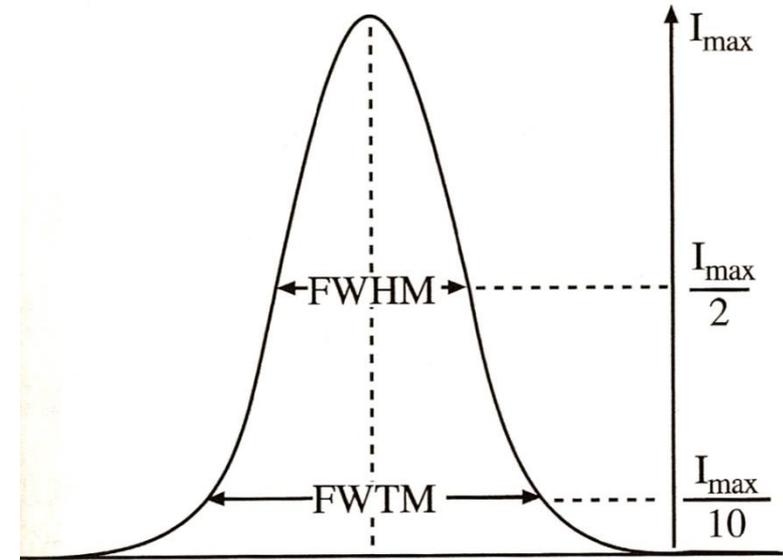


3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

Elektronenstrahldurchmesser

- Annahme eines Gauss-förmigen Intensitätsprofil des Elektronenstrahls
- Elektronenstrahldurchmesser (FWHM) auf der Probe bestimmt durch Öffnungsfehler der fokussierenden Linse (d_S), Beugung an der Beleuchtungsblende (d_b), Eigenschaften der Elektronenquelle (d_2)
- Farbfehler bei hohen E_0 vernachlässigbar

$$d_p = \left(d_2^2 + d_S^2 + d_c^2 + d_b^2 \right)^{1/2}$$



Williams, Carter, Transmission Electron Microscopy, Abb. 5.9

$$d_p = \sqrt{C_0^2 \frac{1}{\alpha_p^2} + \frac{1}{4} C_s^2 \alpha_p^6 + \left(C_c \frac{\Delta E}{E_0} \right)^2 \alpha_p^2 + \frac{[0.6\lambda]^2}{\alpha_p^2}}$$

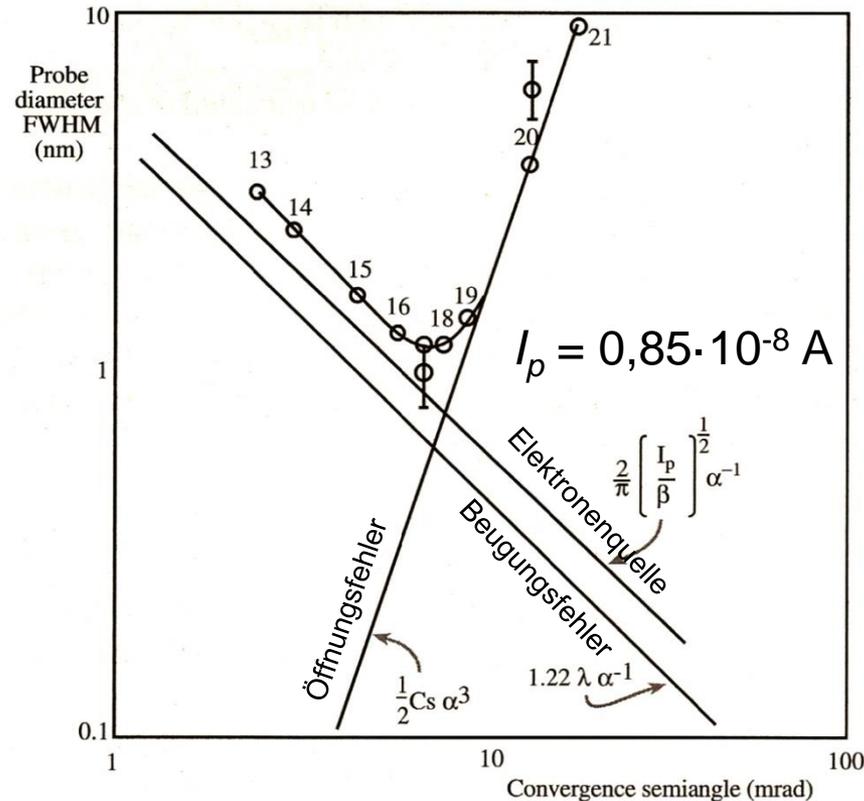
α_p : Strahlkonvergenz(halb)winkel
 β : Richtstrahlwert
 i : Strahlstromdichte
 C_s : Öffnungsfehlerkonstante

λ : Wellenlänge

$$C_0 = \frac{2}{\pi} \left(\frac{i}{\beta} \right)^2$$

Kleinstmögliche Strahldurchmesser sind um 0.3 \AA in Mikroskopen mit Aberrationskorrektor ($C_s < 10 \text{ \mu m}$) \rightarrow Limitierung des Strahldurchmessers durch C_c

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

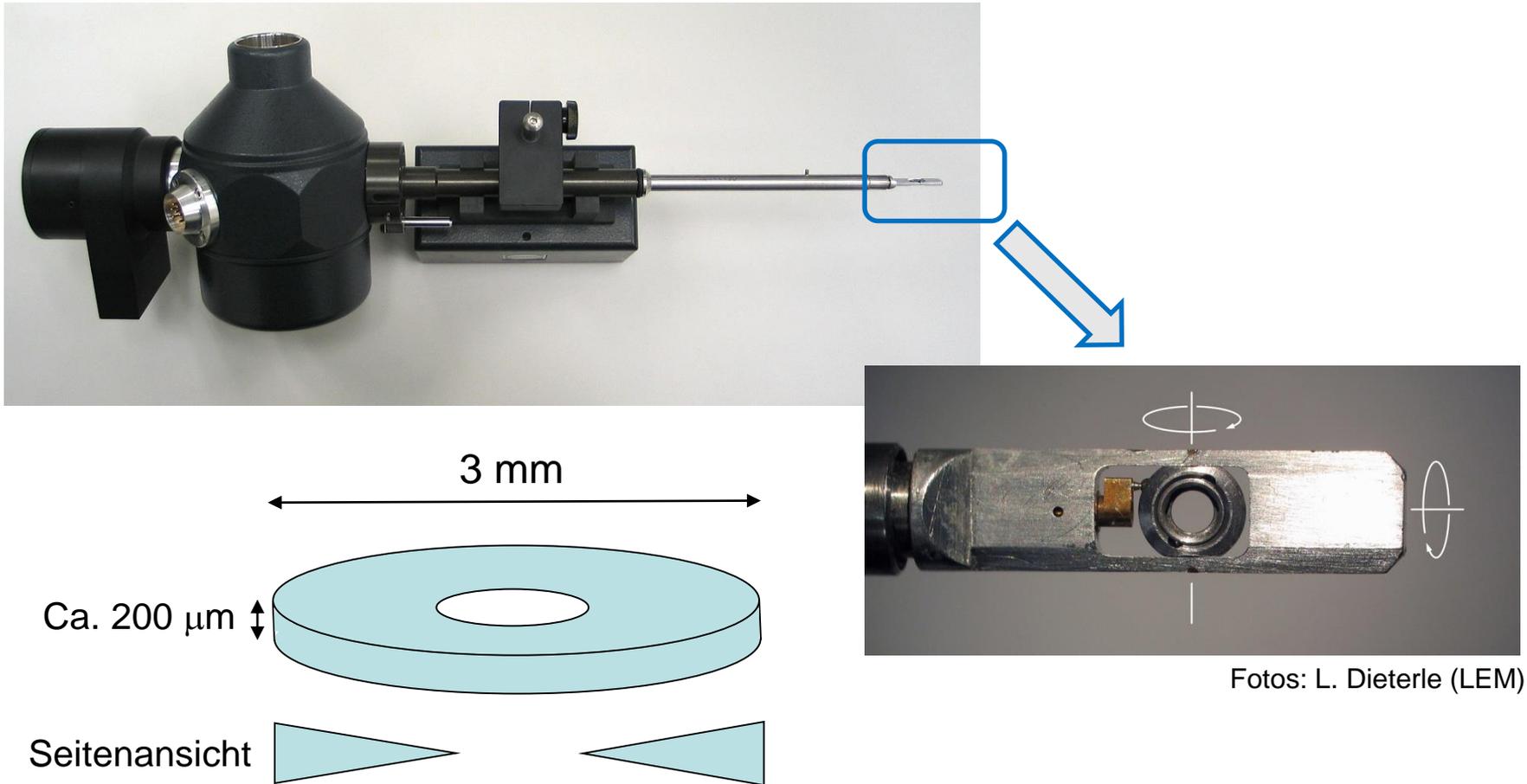


Williams, Carter, *Transmission Electron Microscopy*, Abb. 5.10

Berechnung der drei relevanten Beiträge zum Strahldurchmesser als Funktion des Konvergenz-Halbwinkels α_p für ein 200 keV Feldemissions-Rastertransmissionselektronenmikroskop mit minimalem Elektronenstrahldurchmesser $\sim 1 \text{ nm}$ für $\alpha < 10 \text{ mrad}$.

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

- **Doppelkipphalter** für elektronentransparente Proben
- Durchmesser der präparierten Probe 3 mm

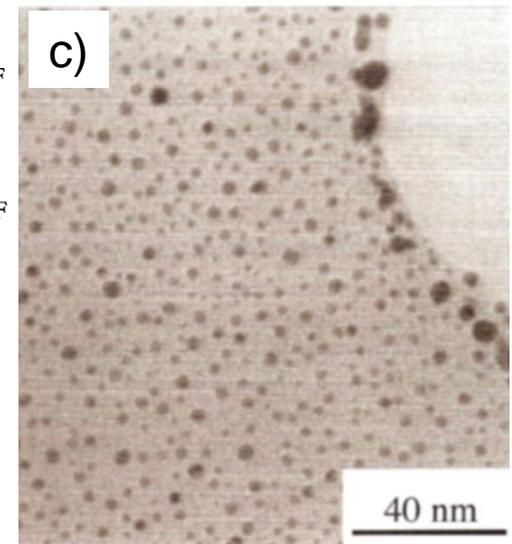
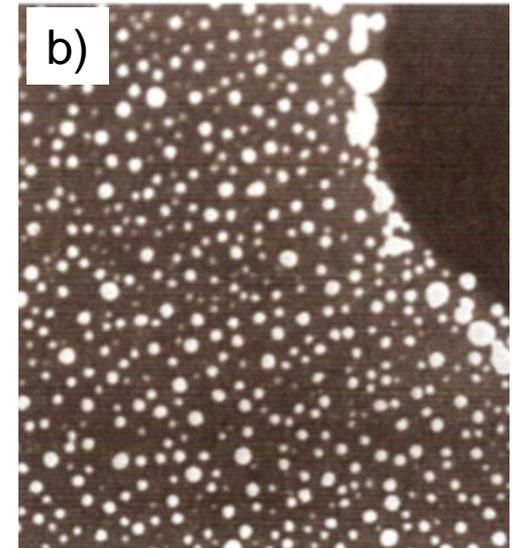
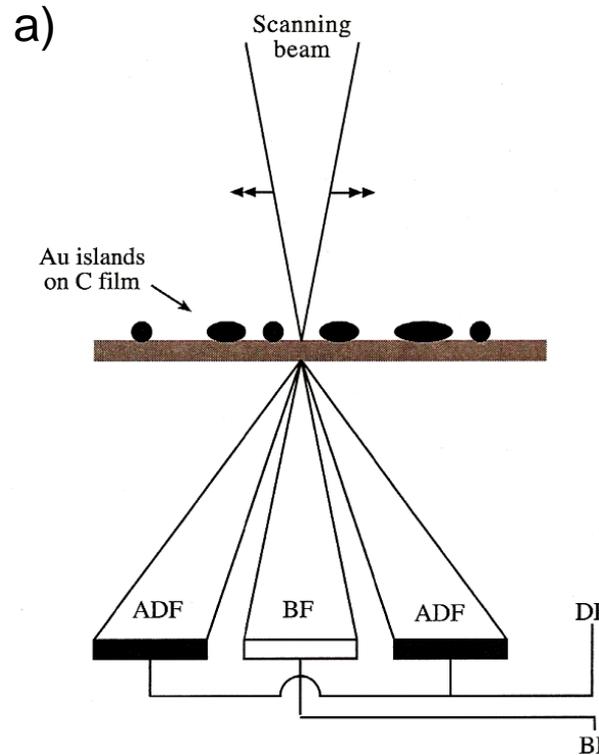


Fotos: L. Dieterle (LEM)

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM)

STEM-Bilderzeugung

- a) Positionierung eines Hellfeld (BF)- und ringförmigen Dunkelfeld (ADF)-Detektors in einer zur hinteren Brennebene der Objektivlinse konjugierten Ebene
- b) ADF-STEM Bild von Goldteilchen auf Kohlenstofffilm
- c) BF-STEM Bild



Williams, Carter, Transmission Electron Microscopy, Abb. 9.18

Zusammenfassung

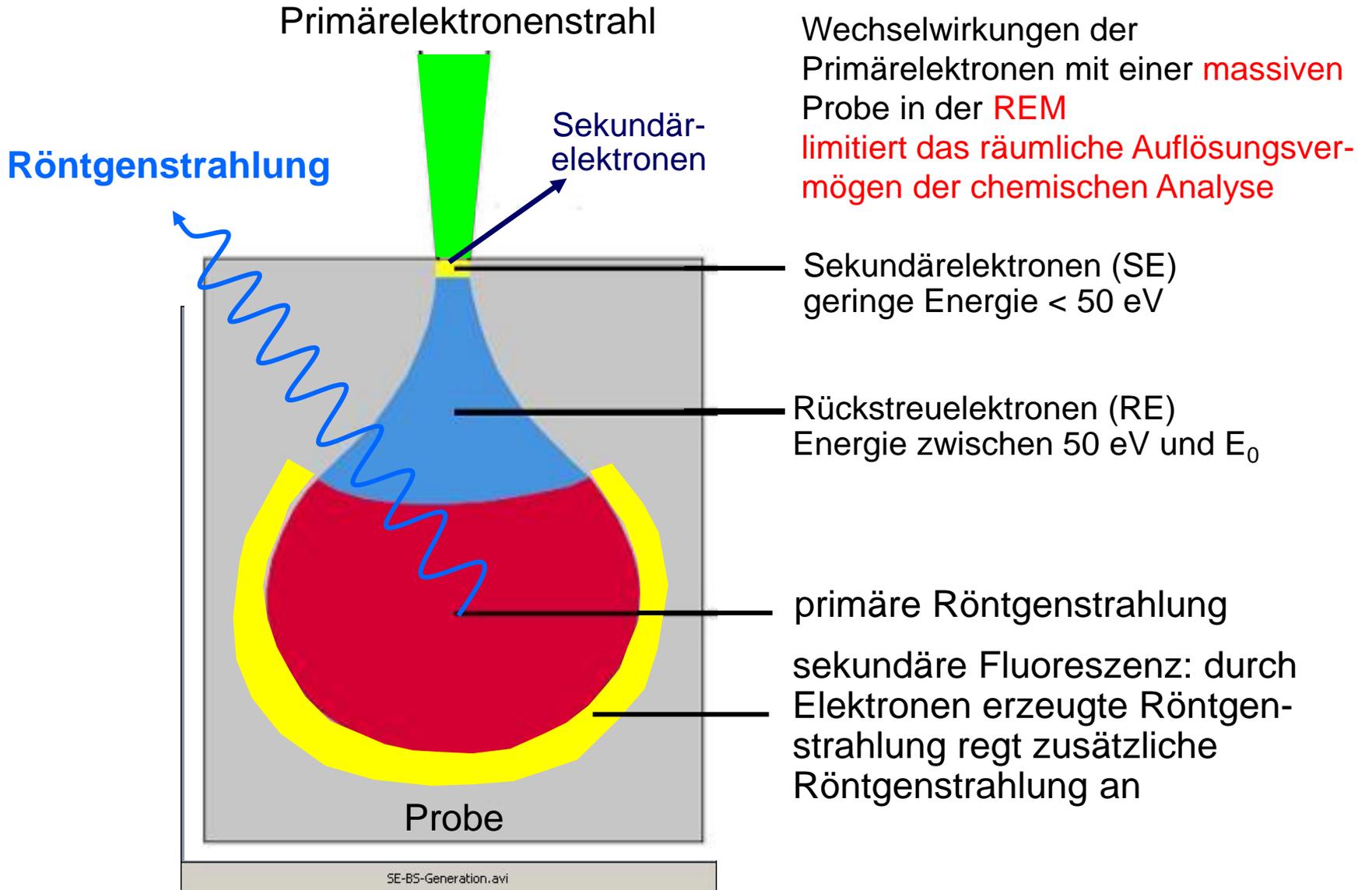
Rasterionenmikroskopie

- Rasterionenmikroskope sind vielseitig einsetzbar und werden meistens in Kombination mit Rasterelektronenmikroskopen betrieben (*FIB/SEM-Systeme*)
- Schädigung durch hochenergetische Ionen: Bildung von Frenkelpaaren (Paaren aus Leerstellen und Zwischengitteratomen), Schädigungskaskaden durch Zwischengitteratome mit hohen kinetischen Energien, Amorphisierung des Materials bei hohen Ionendichten pro Fläche
- Präparation von dünnen Lamellen für die (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie)

Rastertransmissionselektronenmikroskopie

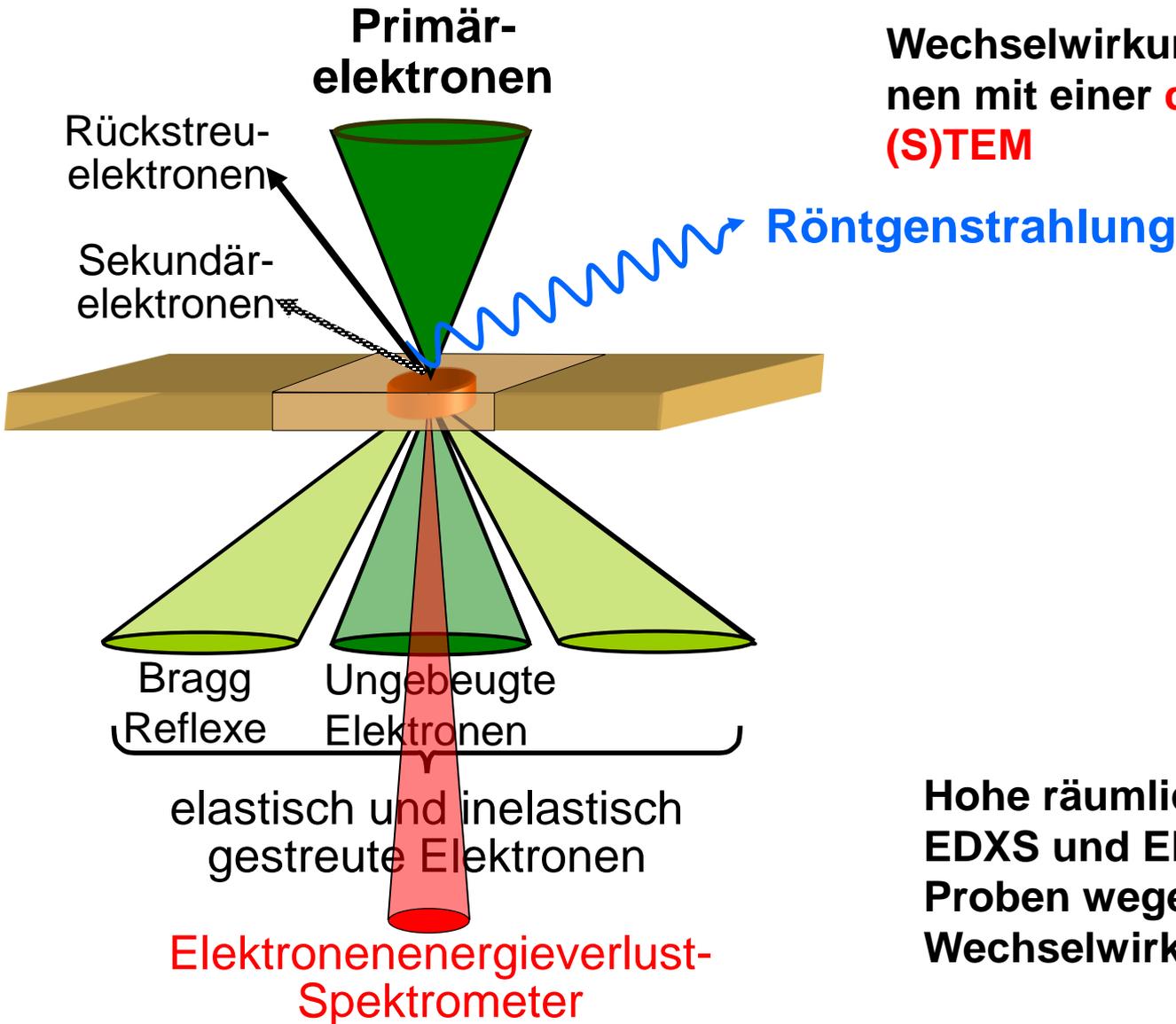
- Prinzip der Bilderzeugung vergleichbar mit Rasterelektronenmikroskopie (Rastern des fokussierten Elektronenstrahls, Detektoren *unterhalb* der Probe)
- Wichtigste Unterscheide: dünne elektronentransparente Proben, hohe Elektronenenergie (80 – 300 keV), Beugungsbilder verfügbar
- Kleinere Strahldurchmesser erreichbar limitiert durch Öffnungsfehler (ca. 1 Å), mit Öffnungsfehlerkorrektur (0.3 Å) und Limitierung durch den Farbfehler
- Deutlich höhere räumliche Auflösung als in der REM durch dünne Proben und kleineren Strahldurchmesser

4.1 Gegenüberstellung Raster- und (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie



Wechselwirkungen der Primärelektronen mit einer massiven Probe in der REM limitiert das räumliche Auflösungsvermögen der chemischen Analyse

4.1 Gegenüberstellung Raster- und (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie

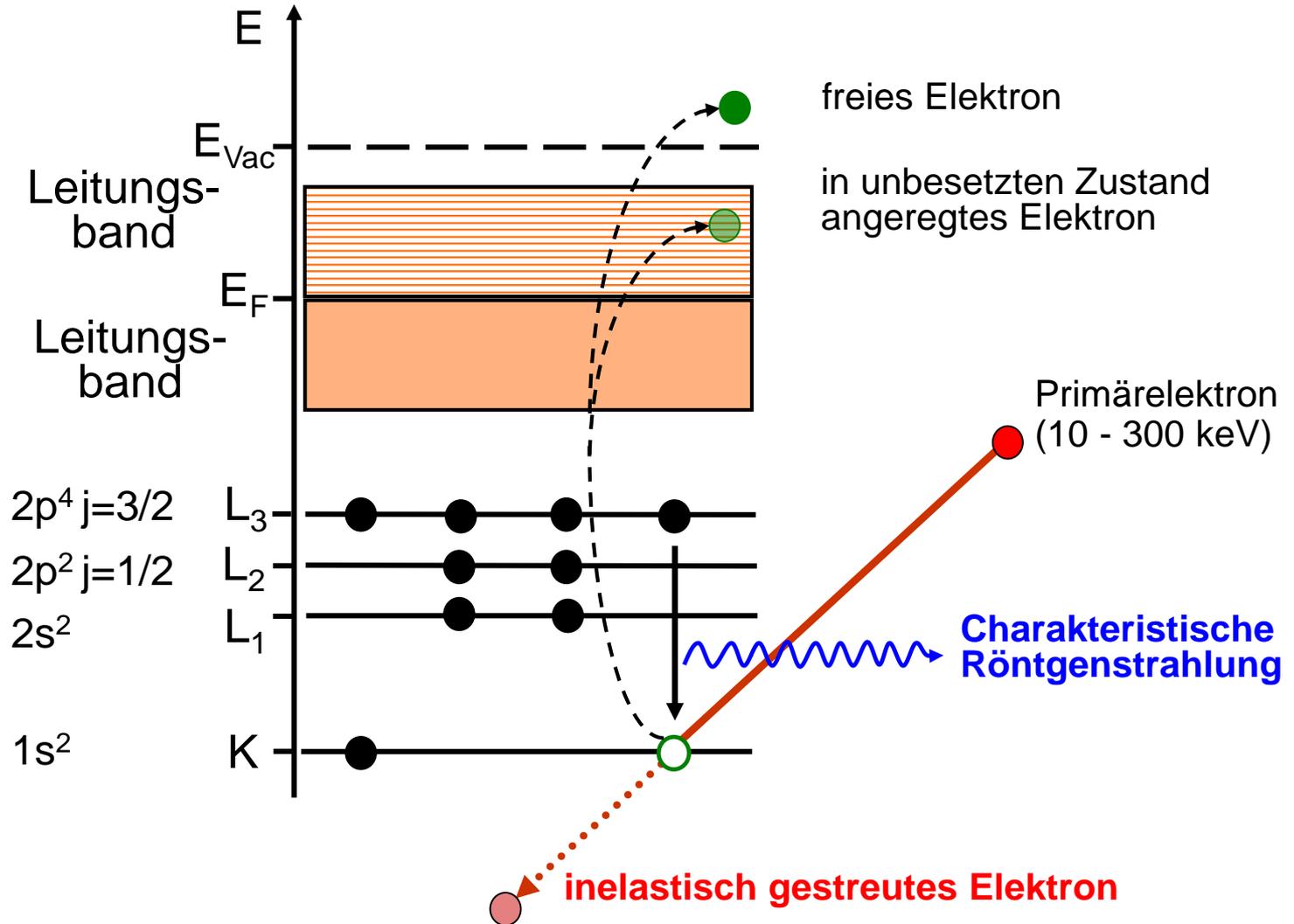


Wechselwirkung der Primärelektronen mit einer **dünnen** Probe in der **(S)TEM**

Hohe räumliche Auflösung für EDXS und EELS durch dünne Proben wegen des sehr kleinen Wechselwirkungsvolumens

4.2 Entstehung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung in Festkörpern

Entstehung von Röntgenstrahlung



4.2 Entstehung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung in Festkörpern

Konkurrenzprozess:
Erzeugung von
Auger Elektronen

