

Elektronenmikroskopie II

TT. Prof. Dr.-Ing. Yolita 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

Sprechstunde ist jeweils Dienstag ab 13:30 Uhr.

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), *EMII kann auch als Nebenfach gewählt
werden.*

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

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 (Orientierungskontrast)

EBSD: Electron Backscatter Diffraction

1.5 Environmental (Niederdruck) Rasterelektronenmikroskopie

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

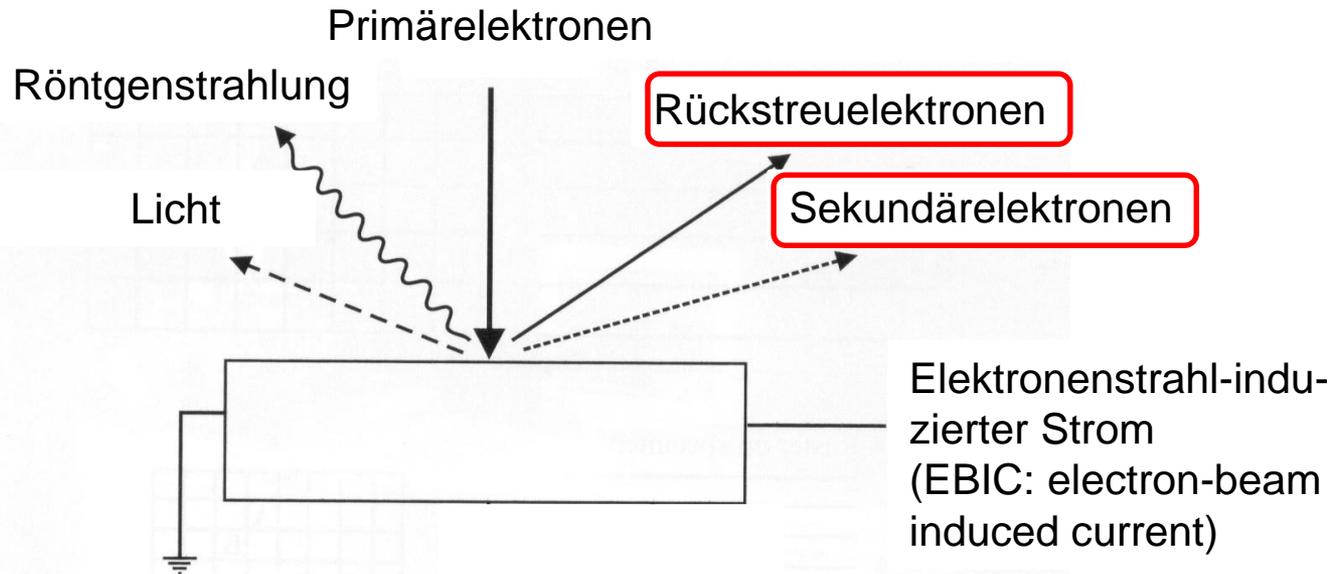
1.7 Kathodolumineszenz

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente

1.9 Elektronenstrahlolithographie

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Nutzbare Signale im Rasterelektronenmikroskop:



Adaptiert nach P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, Electron Microscopy and Analysis, Abb. 5.6

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

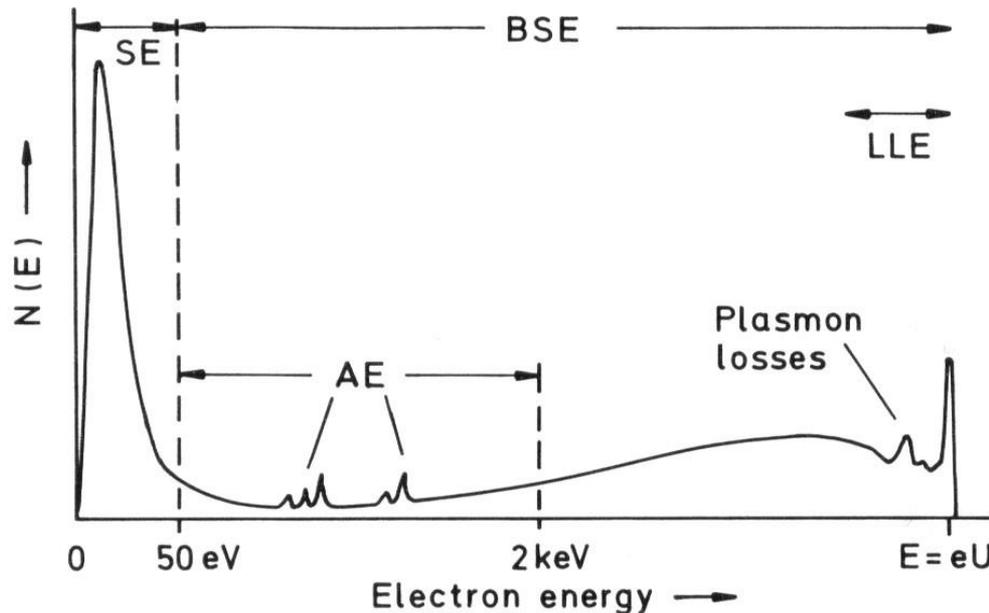


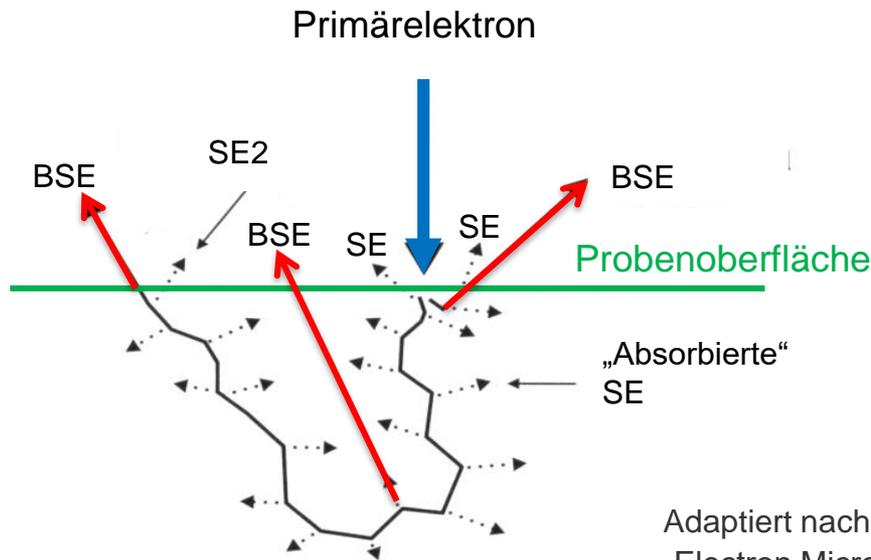
Fig. 1.6. Energy spectrum of electrons emitted consisting of secondary electrons (SE) with $E_{SE} \leq 50$ eV, low-loss electrons (LLE) with energy losses of a few hundreds of eV, backscattered electrons (BSE) with $E_{BSE} > 50$ eV, Auger electrons (AE)

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

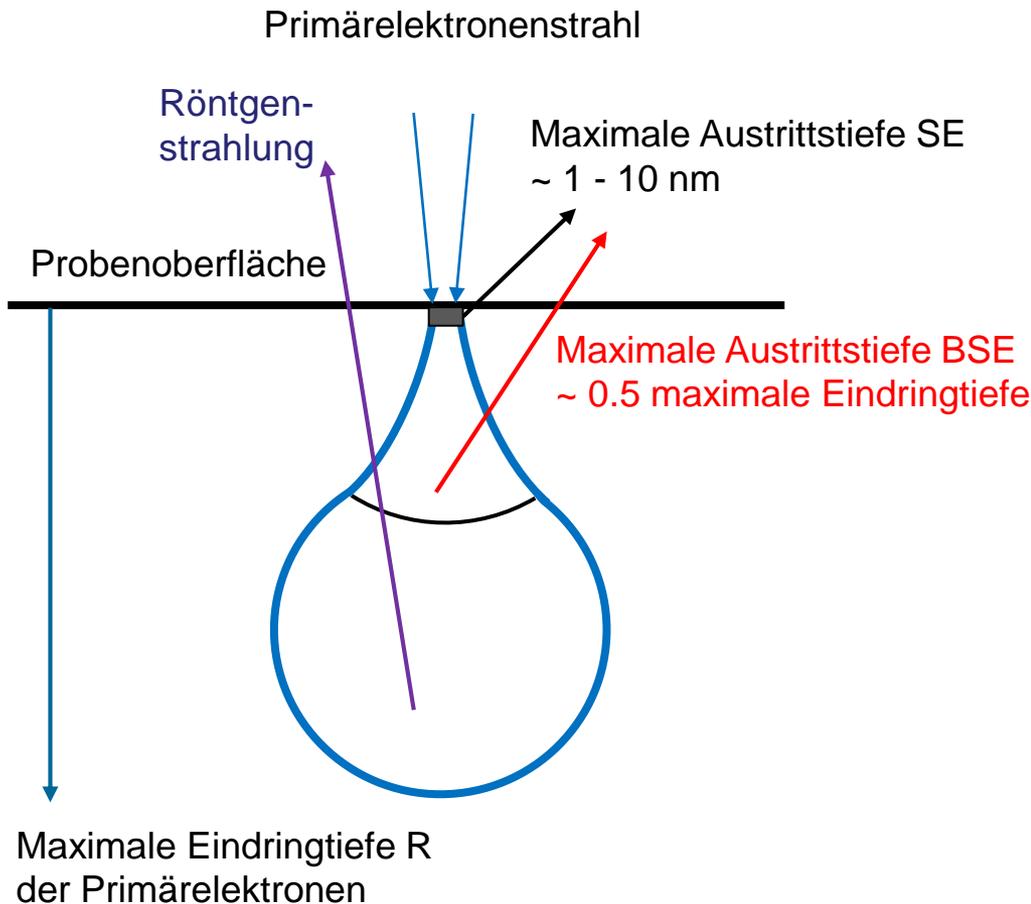
Trajektorie eines Primärelektrons



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 ΔE vom Elektron an Atom ≈ 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

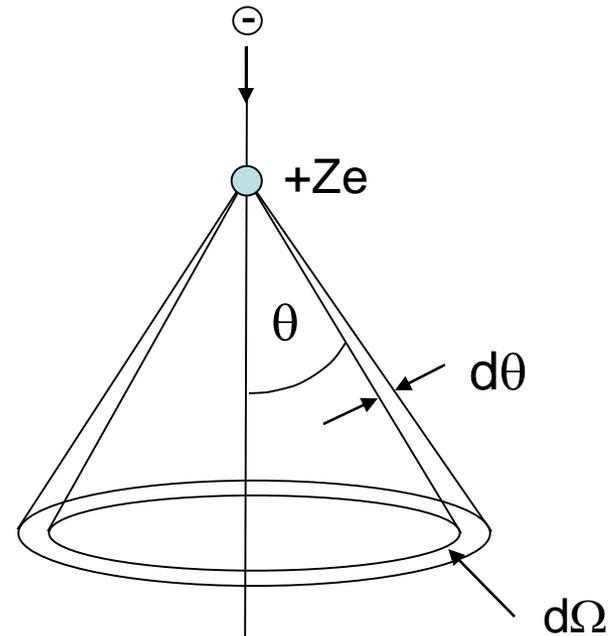
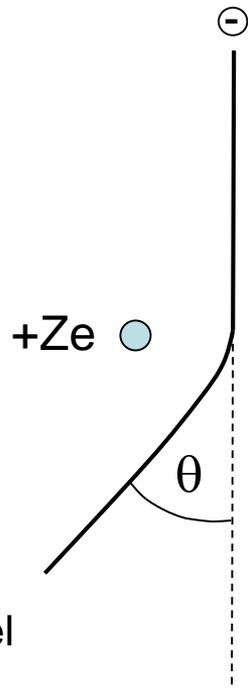


- Wechselwirkungsvolumen: Einhüllendes Volumen der Elektronentrajektorien
 - Eindringtiefen zwischen 100 nm und mehreren μm abhängig von
 - Dichte, mittlerer Ordnungszahl, Atomgewicht des Probenmaterials
 - Primärelektronenenergie E_0typische Eindringtiefe $\sim 1\mu\text{m}$ bei bei 10 keV Elektronenenergie
- 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

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Beschreibung **elastischer** Streuprozesse:

- **Elastisch**: Impuls- und Energieerhaltung beim Stoßprozess zwischen Elektron und Atom
- Klassische Beschreibung durch Rutherford (1911): Coulomb Wechselwirkung zwischen positiv geladenem Atomkern und Elektron ohne Berücksichtigung der abschirmenden Wirkung der Elektronenhülle (Teilchenbild)



θ : Streuwinkel

Differentieller Streuquerschnitt: $\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega}$ Wahrscheinlichkeit für Streuprozess mit Streuwinkel θ

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Differentieller Rutherford Streuquerschnitt auf Basis von Coulomb Wechselwirkung zwischen Elektron (-e) und Kern (+Ze) ohne Berücksichtigung der Abschirmung durch Elektronenhülle

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^4} \frac{1}{\sin^4 \frac{\theta}{2}}$$

Z: Ordnungszahl des Streuatoms

v: Elektronengeschwindigkeit

m: Elektronenmasse

e: Elementarladung

ϵ_0 : elektrische Feldkonstante

Differentieller Streuquerschnitt divergiert für $\theta \rightarrow 0$!

Lösung des Streuproblems unter Berücksichtigung der Abschirmung durch Elektronenhülle nur durch quantenmechanische Betrachtung (Lösung der Schrödingergleichung) mit potentieller Energie des Elektrons V_{Atom} im Atompotential

$$V_{Atom} = -\frac{e^2 Z}{4\pi\epsilon_0 r} \exp\left(-\frac{r}{R}\right) \quad \text{mit} \quad R = a_H Z^{-1/3}$$

r: Abstand vom Atomkern

R: charakteristische Abschirmlänge

a_H : Bohr Radius ($a_H = 0.0526$ nm)

Abschirmung berücksichtigt durch **diese exponentielle abfallende Funktion an den Term**

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Differentieller Streuquerschnitt mit Berücksichtigung der abschirmenden Elektronenhülle:

$$\frac{d\sigma_{el}(\theta)}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^4} \frac{1}{\left[\sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right) + \sin^2\left(\frac{\theta_o}{2}\right) \right]^2}$$

mit

$$\sin\left(\frac{\theta_o}{2}\right) \approx \frac{\theta_o}{2} = \frac{\lambda}{4\pi R} \quad \text{für kleine } \theta_o$$

θ_o : charakteristischer Streuwinkel für elastische Streuung

λ : De Broglie Wellenlänge des Elektrons

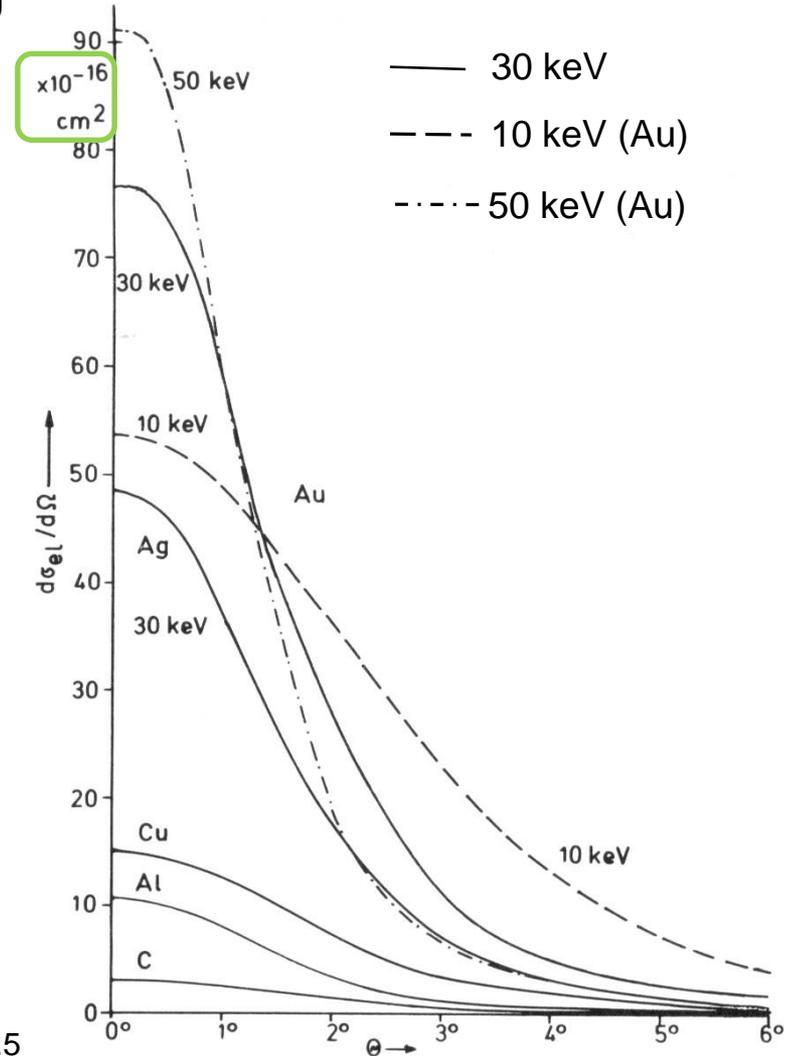
bei 30 keV $\lambda = 7 \text{ pm}$

bei 10 keV $\lambda = 12.2 \text{ pm}$ (10^{-12} m)

R ca. 10^{-10} m

Fig. 3.5. Calculated differential elastic cross-sections $d\sigma_{el}/d\Omega$ with $E = 30 \text{ keV}$ electrons for C, Al, Cu and Ag atoms and in addition with 10 and 50 keV electrons for Au, dashed and dash-dotted curves, respectively

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb.3.5



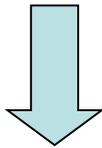
1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Inelastische Streuprozesse: Energieverlust der Primärelektronen $\Delta E > 0$

- Erzeugung von Gitterschwingungen (Phononen): $\Delta E \approx k_B T$ ca. 25 **m**eV bei 300 K, bei schlechter Wärmeleitfähigkeit der Probe \rightarrow Erwärmung der Probe
- Erzeugung von kollektiven (longitudinalen) Schwingungen der Valenzband/Leitungsbandelektronen (Plasmonen): $5 \text{ eV} \leq \Delta E \leq 50 \text{ eV}$

Analyse mit Elektronenenergieverlustspektroskopie \longrightarrow Information über Ladungsträgerkonzentration

- Elektron-Elektron Streuung
Anregung von Elektronen auf inneren Schalen: $\Delta E > 10 \text{ eV}$ bis 100 **k**eV



-Erzeugung von Röntgenstrahlung:
chemische Analyse durch energie-dispersive Röntgenspektroskopie,
-Erzeugung von Auger Elektronen
(Beitrag zu SE und BSE)

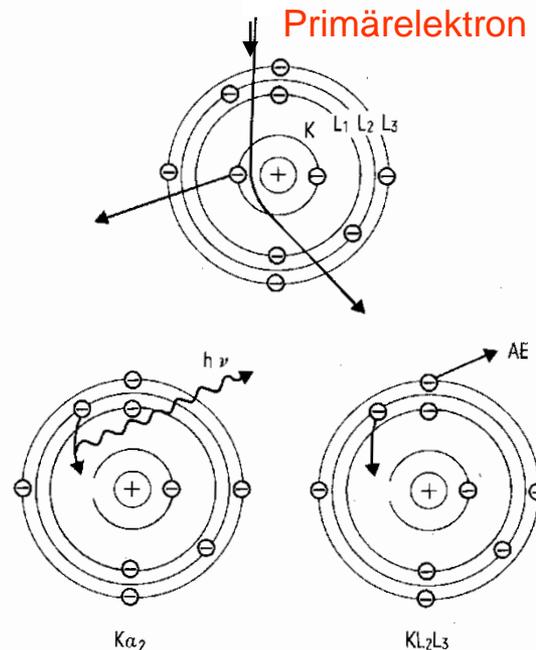


Fig. 2-43. The emission of an X-ray quantum or Auger electron can be divided into two steps. The atom is initially excited by the removal of an electron from an inner shell (in this case the K shell) and thereby attains a higher energy state. After a very short time (about 10^{-15} s) it returns to its ground state when another electron from an outer shell (L shell) fills the vacancy. The energy released in this transition is used to emit an X-ray quantum or an Auger electron.

E. Fuchs, H. Oppolzer, H. Rehme, Particle Beam Microanalysis, Abb.2.43

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Inelastische Elektron-Elektron Streuung

(L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Kap. 3.2)

Differentieller Streuquerschnitt für Anregung eines gebundenen Elektrons auf einer inneren Schale im Grundzustand („0“) in einen angeregten Zustand m

$$\frac{d\sigma_{inel}}{d\Omega} = \sum_{m \neq 0} \frac{d\sigma_{0m}}{d\Omega} = \frac{4e^4 Z}{(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^2} \frac{1 - \left(\frac{1}{1 + (\theta/\theta_0)^2} \right)^2}{(\theta^2 + \theta_E^2)^2} \propto \frac{Z}{E_0} \quad \text{mit} \quad \theta_E = \frac{J}{4E_0} \ll 1$$

J: mittleres Ionisationspotential (benötigte Energie um eine Elektron von Atom zu entfernen)

E_0 : Primärelektronenenergie

v: Elektronengeschwindigkeit

Semiempirische Gleichung für J:

$$J = 9.76Z + 58.8Z^{-0.19} \quad \text{in [eV]} \quad \text{oder} \quad J = 11.5 Z \quad \text{in [eV]} \quad \text{für} \quad Z \leq 6$$

Vergleich mit charakteristischem Winkel θ_0 für elastische Streuung: $\theta_0 \gg \theta_E$

→ sehr stark ausgeprägte Vorwärtsstreucharakteristik bei inelastischen Streuprozessen

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Elektron-Elektron Streuung

Langsame Sekundärelektronen:

Überwiegend Anregung aus Valenz- und Leitungsband des Festkörpers

→ kein einfaches Modell für differentiellen Streuquerschnitt

Beschreibung von Mehrfachstreuung:

$$\sigma = \sigma_{el} + \sigma_{inel} = 2\pi \int_0^{\pi} \left(\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} + \frac{d\sigma_{inel}}{d\Omega} \right) \sin \theta d\theta$$

σ : Streuquerschnitt zur Beschreibung der Streuwahrscheinlichkeit, $[\sigma] = \text{cm}^2$

Intensität ungestreuter Elektronen I:

$$dI = -I N \sigma dz \quad I = I_0 \exp(-N \sigma z) = I_0 \exp(-z / \Lambda) = I_0 \exp(-p)$$

N: Anzahl der Atome pro Volumeneinheit

I_0 : Intensität einfallender Elektronen

Λ : mittlere freie Weglänge der Elektronen zwischen 2 Streuprozessen $\Lambda = \frac{1}{\sigma N}$

p: mittlere Zahl von Streuprozessen

z: zurückgelegter Weg (Abstand zur Probenoberfläche)

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Mehrfachstreuung: Probendicke $< 25 \cdot \Lambda$

Vielfachstreuung: Probendicke $> 25 (\pm 5) \cdot \Lambda \longrightarrow$ Modelle für Elektronendiffusion
(L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Kap. 3.3.2)

Mittlerer Energieverlust dE_m des Elektrons pro Wegstrecke dx im Festkörper bei Vielfachstreuung nach Bethe (quantenmechanische Rechnung, nichtrelativistischer Fall)
„continuous-slowning-down approximation“ (L. Reimer, Kap. 3.3.4)

$$S = \left| \frac{dE_m}{dx} \right| = 7.8 \cdot 10^{10} \frac{Z}{A} \frac{1}{E_0} \ln \left(b \frac{E_0}{J} \right) \quad [S] = \text{eV g}^{-1} \text{cm}^2$$

Z: Ordnungszahl

A: Atomgewicht

E_0 : Primärelektronenenergie [eV]

J: mittleres Ionisationspotential, semiempirische Gleichung $J = 9.76Z + 58.8Z^{-0.19}$ in [eV]

b: abhängig von Rechnung (klassisch $b=1$, quantenmechanisch $b=1.166$)

Eindringtiefe/Elektronenreichweite R:

Durch Anpassung an experimentelle Daten $R = a E_0^n$

a, n: abhängig von Elektronenenergie und Ordnungszahl des Probenmaterials

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

E [keV]		1	5	10	20	30	50	
C $Z = 6$ $\rho = 2 \text{ g cm}^{-3}$ $\nu \simeq 3$	σ_{el}	0.65	0.11	0.055	0.027	0.018	0.012	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	Λ_{el}	1.5	9	18	37	55	83	nm
	Λ_t	0.4	2.3	4.5	9	14	20	nm
	R	0.033	0.49	1.55	4.9	9.7	22.6	μm
Al $Z = 13$ $\rho = 2.7 \text{ g cm}^{-3}$ $\nu \simeq 1.5$	σ_{el}	1.26	0.31	0.16	0.08	0.053	0.034	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	Λ_{el}	1.3	5	10	21	31	49	nm
	Λ_t	0.5	2	4	8	12	20	nm
	R	0.025	0.36	1.14	3.6	7.1	16.7	μm
Cu $Z = 29$ $\rho = 8.9 \text{ g cm}^{-3}$ $\nu \simeq 0.6$	σ_{el}	1.84	0.64	0.37	0.21	0.15	0.11	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	Λ_{el}	0.64	1.8	3.2	5.6	7.8	10.7	nm
	Λ_t	0.4	1.1	2.0	3.5	4.9	6.7	nm
	R	0.007	0.11	0.35	1.10	2.26	5.1	μm
Ag $Z = 47$ $\rho = 10.5 \text{ g cm}^{-3}$ $\nu \simeq 0.4$	σ_{el}	3.09	1.15	0.71	0.43	0.32	0.22	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	Λ_{el}	0.5	1.5	2.4	4.0	5.3	7.7	nm
	Λ_t	0.4	1.0	1.7	2.8	3.8	5.5	nm
	R	0.006	0.09	0.29	0.93	1.8	4.3	μm
Au $Z = 79$ $\rho = 19.3 \text{ g cm}^{-3}$ $\nu \simeq 0.2$	σ_{el}	3.93	1.60	1.05	0.67	0.52	0.37	$\times 10^{-16} \text{ cm}^2$
	Λ_{el}	0.43	1.0	1.6	2.5	3.3	4.6	nm
	Λ_t	0.36	0.9	1.3	2.1	2.7	3.8	nm
	R	0.003	0.05	0.17	0.51	1.0	2.3	μm

Inelastische Streuung dominant

$$\nu = \frac{\sigma_{inel}}{\sigma_{el}}$$

R: Elektronenreichweite

$$\Lambda_{el} = \frac{1}{\sigma_{el} N}$$

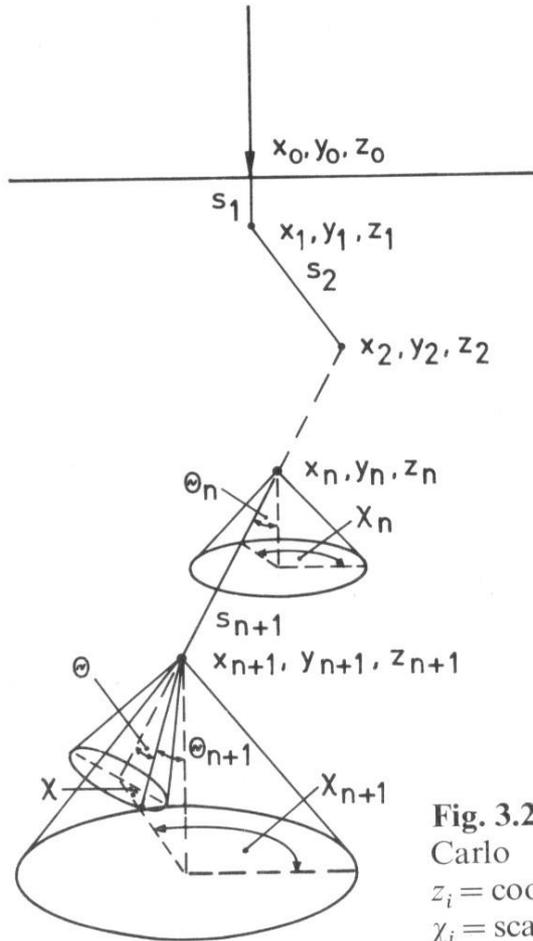
$$\Lambda_t = \frac{\Lambda_{el}}{(1 + \nu)}$$

Elastische und inelastische Streuung gleichwertig

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Tab.3.1

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

Berechnung von Elektronentrajektorien durch Monte-Carlo Simulationen



Streuquerschnitte

(elastisch: screened Rutherford, Mott)

Energieverlust pro Wegstrecke

(z.B. continuous-slowing-down approximation)

Länge der geraden Segmente bestimmt

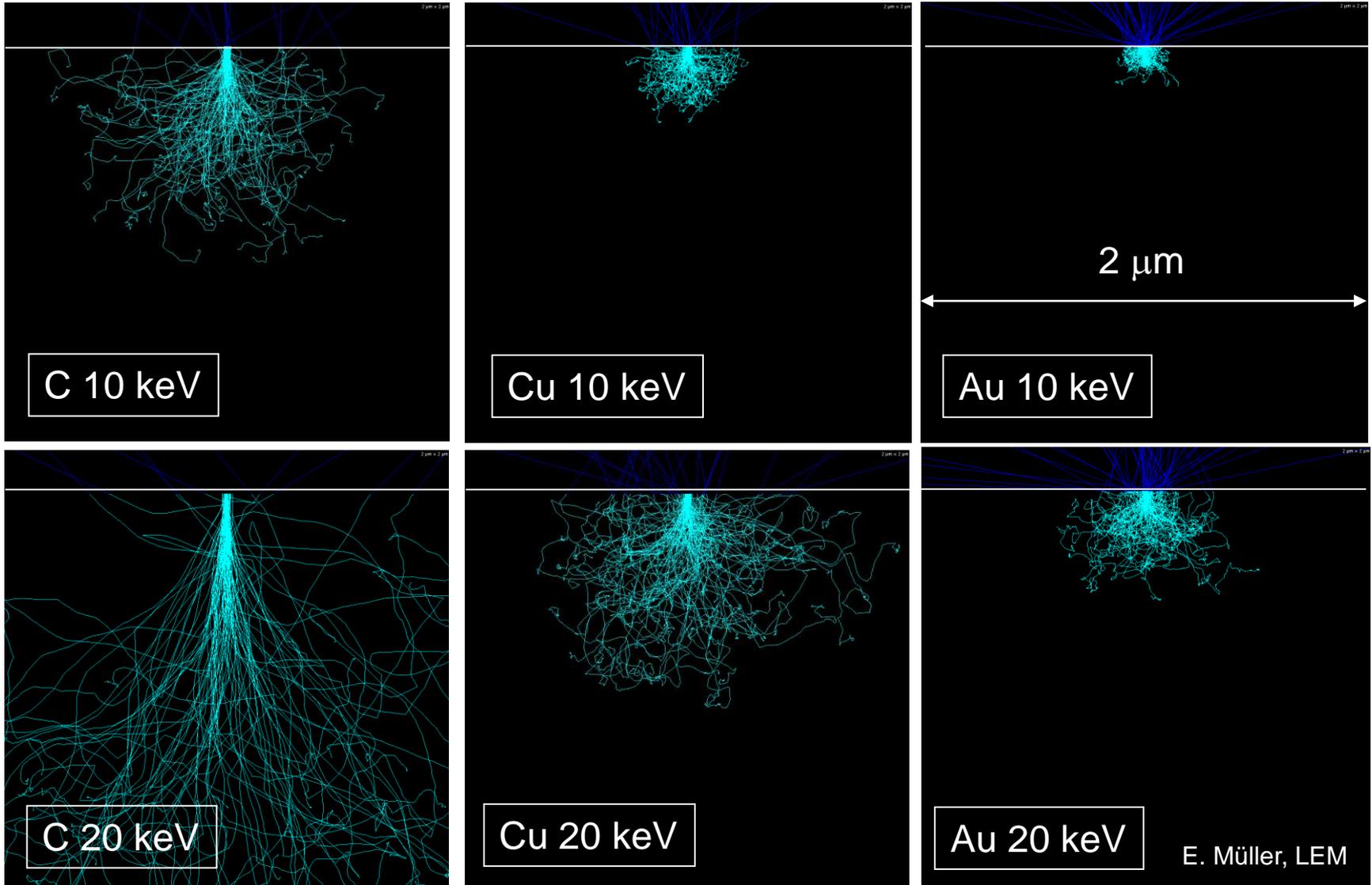
durch Zufallsvariable mit Skala, die durch Λ bestimmt ist

Simulationsprogramm: NISTMonte

<https://cstl.nist.gov/div837/837.02/epq/index.html>

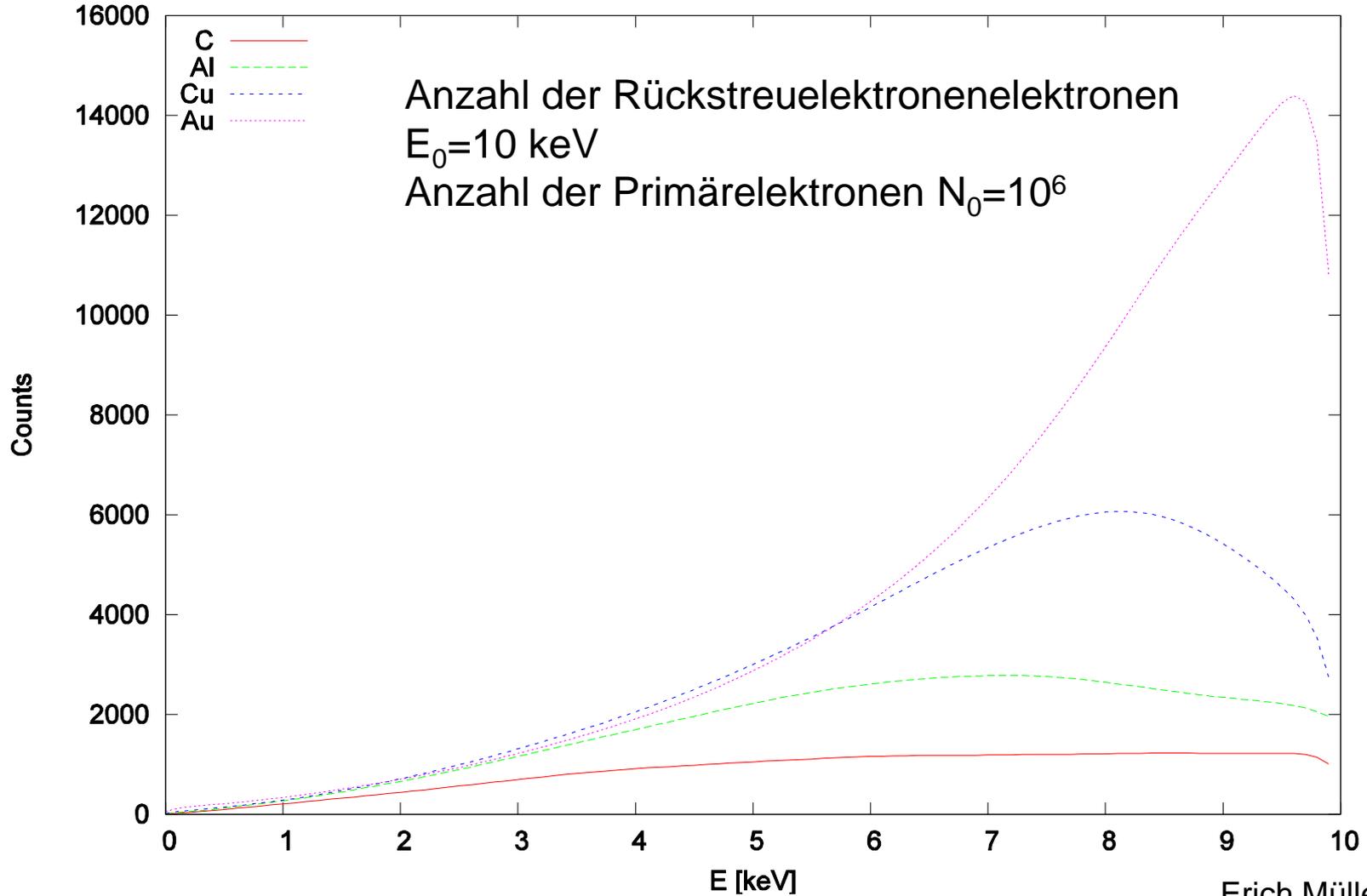
Fig. 3.28. Sequence of scattering processes in a Monte Carlo calculation with s_i =free path lengths, x_i, y_i, z_i =coordinates of electron at the i th collision, θ_i and χ_i =scattering and azimuth angles after the i th collision

Wechselwirkungsvolumina: Trajektorien von Primärelektronen



1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

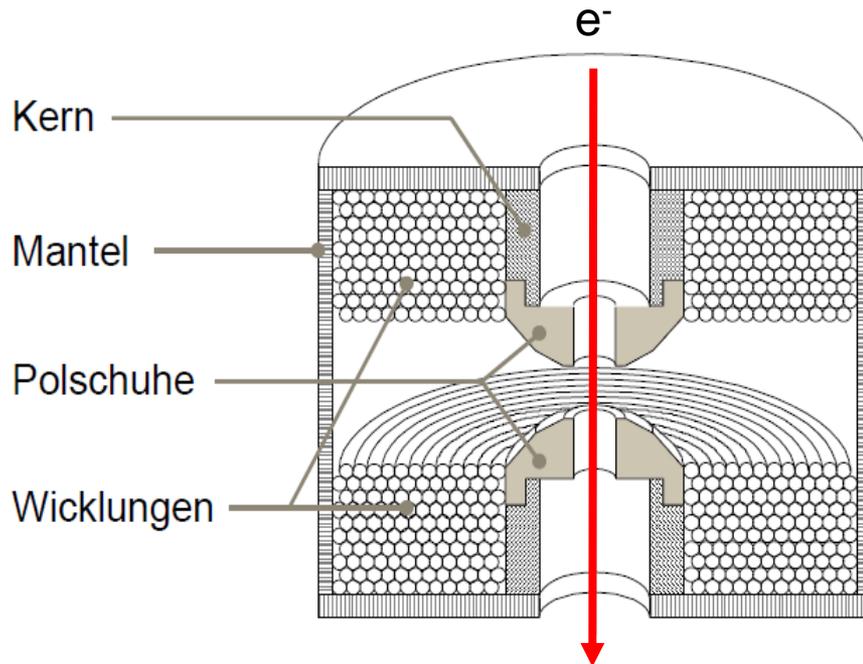
Backscattered electrons at $E_p=10.0\text{keV}$



Erich Müller, LEM

1.3 Apparative Aspekte

Magnetische Elektronenlinsen



Lorentzkraft

$$\vec{F} = -e(\vec{v} \times \vec{B})$$

\vec{v} : Elektronengeschwindigkeit

\vec{B} : Magnetfeld

- Einfache Elektronenlinsen in Rasterelektronmikroskopen bestehen oft nur aus einer Spule
- Bewegung der Elektronen auf Spiralbahnen
- Variation der Magnetfeldstärke und Brennweite durch Änderung des Linsen(spulen)stroms
- Magnetfeld hat fokussierende Wirkung
- Elektronenlinsen haben schlechte optische Eigenschaften: starker Öffnungsfehler und starker Farbfehler sowie zahlreiche Abbildungsfehler höherer Ordnung

1.3 Apparative Aspekte

Abbildungsfehler

d_s : Fehlerscheibchen mit dem kleinsten Durchmesser (disk of least confusion)

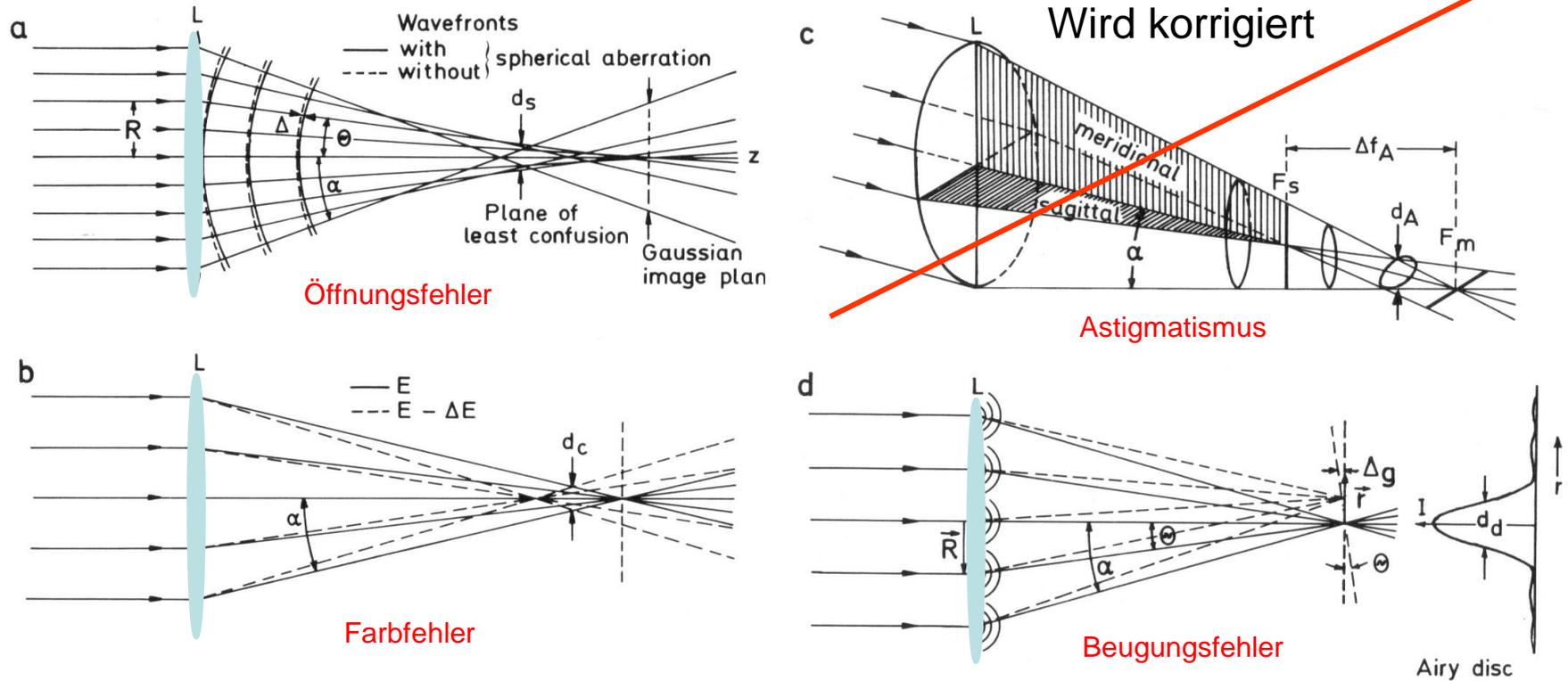
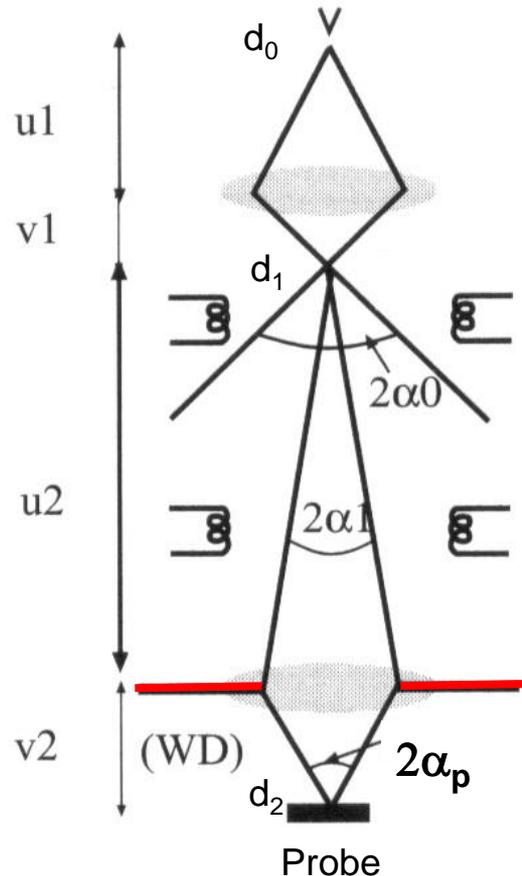


Fig. 2.9 a–d. Lens aberration of an electron lens: (a) spherical and (b) chromatic aberration, (c) axial astigmatism and (d) diffraction error disc

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb.2.29

1.3 Apparative Aspekte



Elektronenquelle
und Beschleuniger
„gun“

Kondensorlinse

Rasterspulen

Rasterspulen

Objektivlinse
und Blenden
unterschiedlichen
Durchmessers

Ziel: verkleinerte Abbildung der
Elektronenquelle auf die
Probenoberfläche

Geometrische Optik

$$d_1 = d_0 \cdot \frac{v_1}{u_1}$$

$$d_2 = d_1 \cdot \frac{v_2}{u_2}$$

v_2 : Arbeitsabstand

d_0 : Durchmesser der Quelle

$v_1 + u_2 = \text{konst}$

Strahldurchmesser wird durch Nutzer
festgelegt durch

a) Anregung (Brennweite) der
Kondensorlinse „spot size“

b) Arbeitsabstand

($v_2 = \text{WD}$ „working distance“)

P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland,
„Electron Microscopy and Analysis“, Abb.5.11

1.3 Apparative Aspekte

Strahldurchmesser auf der Probe d_p

$$d_p = \sqrt{d_2^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_b^2}$$

d_2 : Geometrischer Strahldurchmesser auf der Probenoberfläche durch Verkleinerung der Quelle

d_s : Durchmesser des Öffnungsfehlerscheibchens („disk of least confusion“)

d_b : Durchmesser des Beugungsfehlerscheibchens

d_c : Durchmesser des Farbfehlerscheibchens

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

α_p : Öffnungswinkel des Strahlenbündels durch Objektivblendenradius r (bis zu 100 μm) und Arbeitsabstand WD (einige mm) gegeben

C_s : Öffnungsfehlerkonstante der Objektivlinse

C_c : Farbfehlerkonstante der Objektivlinse

E_0 : Primärelektronenenergie

ΔE : Halbwertsbreite der Energieverteilung der Primärelektronen

1.3 Apparative Aspekte

Zusammenhang zwischen geometrischem Strahldurchmesser d_2 , Strahlstrom I_p und α_p :

$$I_p = \frac{\pi}{4} d_2^2 j_p = \frac{\pi^2}{4} \beta d_2^2 \alpha_p^2$$

$$d_2 = \left(\frac{4I_p}{\pi^2 \beta} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{\alpha_p} = C_o \frac{1}{\alpha_p}$$

$$\beta = \frac{j_p}{\pi \alpha_p^2} = konst$$

β : Richtstrahlwert = Konstant (Charakteristikum der Elektronenquelle)

j_p : Strahlstromdichte

Wichtige Faktoren für minimal erreichbaren Strahldurchmesser:

Linsenqualität C_s , C_c (wenige 1 mm für gute REM Linsen)

Eigenschaften des Elektronenemitters ($\Delta E, \beta$)

Zusammenfassung

- Beschreibung der Winkelabhängigkeit elastischer und inelastischer Streuprozesse durch differentielle Streuquerschnitte
- Elastischer Rutherford Streuquerschnitt mit Berücksichtigung der Abschirmung durch die Elektronenhülle (screened Rutherford Streuquerschnitt)
- Streuung hochenergetischer Elektronen stark vorwärtsgerichtet; starker Abfall der Streuwahrscheinlichkeit mit zunehmendem Streuwinkel
- Modellierung von Elektronentrajektorien durch Monte Carlo Simulationen
- Elektronenlinsen bestehen aus geeignet dimensionierten magnetischen (oder in geringerem Maße elektrischen) Feldern
- Eigenschaften von Elektronenlinsen stark durch Abbildungsfehler beeinträchtigt (Öffnungsfehler, Farbfehler, Beugungsfehler)
- Die Elektronenoptik im Rasterelektronenmikroskop dient zur Abbildung (Verkleinerung der Größe!) der Elektronenquelle auf die Probenoberfläche
- Berechnung des Strahldurchmessers unter Berücksichtigung von Abbildungsfehlern, Beugung und Richtstrahlwert