

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 Rückstreuelektronen

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

Praktikum SoSe 2023

Gruppe	REM I	REM II EDXS	FIB	EELS
1	23.05.	13.06.	04.07.	25.07.
2	25.05.	15.06.	06.07.	27.07.

Gruppe	Praktikumstag	Name	Vorname	Mail
1	Dienstag 13.00 Uhr	Dortmund	Mareike	uwsqf@student.kit.edu
		Werner	Julius	julius.werner@student.kit.edu
2	Donnerstag 13.00 Uhr	Pogarell	Nina	nina.pogarell@web.de
		Krebs	Alina	alina.krebs24@gmx.de
		Schwab	Nina	ninaschwab@freenet.de

Praktikum SS 2023

- **Unterlagen 2 Wochen vor dem Versuchstermin auf der ILIAS Plattform.**
- **Versuchsdauer: halber Tag (4 Stunden)**
- **Versuch muss vorbereitet werden, es findet eine kleine Abfrage statt.**
- **1 gemeinsames Protokoll pro Versuch und Gruppe**
- **1 Gruppenvortrag a 15-20 min vom „Lieblings“- Versuch (hierfür dann kein Protokoll).**
- **Studierende aus den Angewandten Geowissenschaften: *keine gemeinsamen Protokolle***

Versuche

1. Rasterelektronenmikroskopie I : Grundlegende Abbildungsmodi

Labor: 2. OG Physikflachbau (Geb. 30.22), Raum 207

Volker Zibat, volker.zibat@kit.edu , Tel. 608-48682, -45264, -46507, Büro: 2.OG Physikflachbau, Raum 212.2

Christian Dolle, christian.dolle@kit.edu, Tel. 608-43723, Büro: 2.OG, CFN (Geb.30.25), Raum 216

2. Rasterelektronenmikroskopie II mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDXS) (englisch)

Labor: 2. OG Physik Flachbau (Geb. 30.22), Raum 204

Birger Holtermann, birger.holtermann@kit.edu, Tel. 608-43723, Büro: 2. OG, CFN (Geb.30.25), Raum 214

Zhongmin Long, zhongmin.long@kit.edu, Tel. 608-43723, Büro: 2. OG, CFN (Geb.30.25), Raum 214

3. Abbildung und Nanostrukturierung mit einem fokussierten Ga-Ionenstrahl

Labor: 2. OG Physik Flachbau (Geb. 30.22), Raum 206

Erich Müller, erich.mueller@kit.edu, Tel. 608-48294, Büro: Geb.30.48 Raum 019

Hemanth Thota, hemanth.thota@kit.edu, Tel. 608-43740, Büro: 2. OG, CFN (Geb.30.25), Raum 217

4. Elektronenenergieverlustspektroskopie

Labor: Keller des CFN (Geb. 30.25), Raum -111

Qing Sun, qing.sun@kit.edu, Tel. 608-43740, Büro: 2OG, CFN (Geb.30.25), Raum 217

Korneychuk, Svetlana (IAM-INT) , svetlana.korneychuk@kit.edu Tel. 608-41959, Büro 2.OG Physikflachbau, Raum 213

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

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

$$\sin \alpha_p = \frac{r}{WD} \approx \alpha_p$$

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

C_o : Vorfaktor in d_2 , beinhaltet Richtstrahlwert β (Konstante der Elektronenquelle) und die Strahlstromdichte j_p

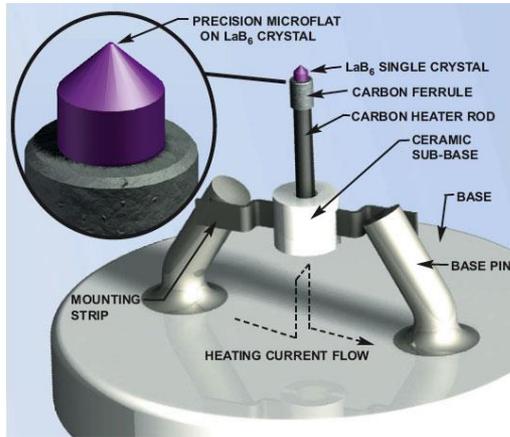
E_0 : Primärelektronenenergie

ΔE : Halbwertsbreite der Energieverteilung der Primärelektronen

1.3 Apparative Aspekte

Elektronenquellen:

a) Thermische Emittoren



Wolfram Haarnadelkathode

Betriebstemperatur > 2500 °C

niedriger Richtstrahlwert, große Quelle

→ schlechte Eigenschaften, dafür billig

→ Austrittsarbeit: $\approx 4 \text{ eV}$



LaB₆ Einkristall

Betriebstemperatur: $\approx 2000 \text{ °C}$

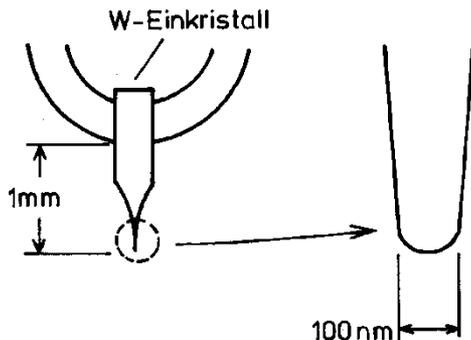
Halbwertsbreite der Energie Verteilung $\Delta E \cong 1.5 \text{ eV}$

Austrittsarbeit für Elektronen für LaB₆: $E_A = 2.8 \text{ eV}$

Richtstrahlwerte β : $10^5 - 10^7 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$

Austrittsarbeit: $\approx 2,8 \text{ eV}$

b) Thermische Feldemittoren



Thermische Feldemittoren

Mit ZrO₂ beschichtete W-Einkristallspitze mit

sehr kleinem Krümmungsradius

Reduzierte Austrittsarbeit durch ZrO₂ im Vergleich zu W

Hohes elektrisches Feld an der Spitze reduziert die

Austrittsarbeit weiter

Kathodentemperatur: $\leq 1800 \text{ °C}$

$0.5 \text{ eV} \leq \Delta E \leq 1 \text{ eV}$

Richtstrahlwerte β : $10^7 - 10^9 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, S.216

1.3 Apparative Aspekte

Das Objekt selber beeinflusst auch das Auflösungsvermögen!

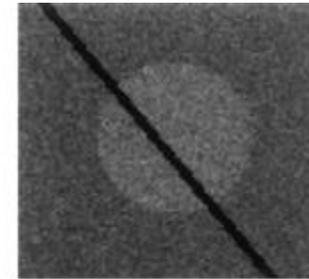
Sichtbarkeit eines Objektes
auf einem Rauschuntergrund.
→ Minimaler nutzbarer Strom $I_{P,min}$

$$\text{Kontrast: } C = \frac{\bar{n}}{\bar{n}_0}$$

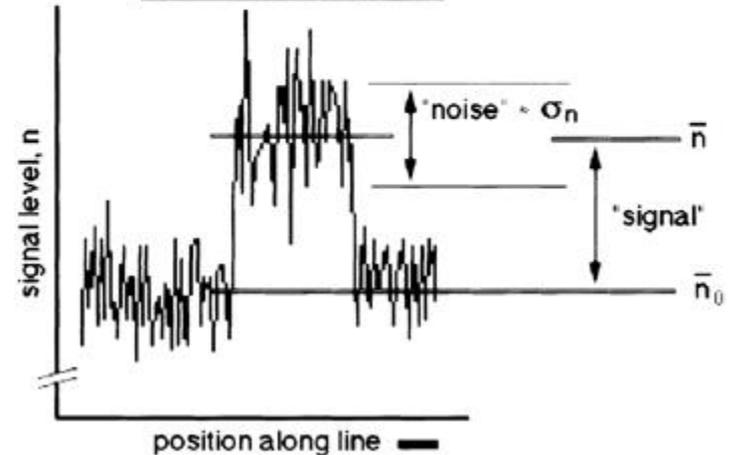
Rauschen $N = \sqrt{\bar{n}}$
(Halbwertsbreite der Poisson Verteilung)

\bar{n} : mittlere Elektronenzahl („counts“)

Signal-Rausch-Verhältnis: $\bar{n} / \sqrt{\bar{n}} = \sqrt{\bar{n}}$



$$C = \frac{\bar{n}}{\bar{n}_0}$$



D.S. Bright et al., J. Microscopy 189, 25 (1998)

Kriterium zur Unterscheidung von Kontrasten auf einem Bildschirm: **Rose Kriterium**

$$\text{Signal} > 5N = 5\sqrt{\bar{n}}$$

Rose Kriterium: Signal muss min. fünfmal so groß wie das Rauschen sein.

1.3 Apparative Aspekte

Anzahl der detektierten Elektronen:

$$n = \frac{I_p t}{e} q$$

I_p : Strahlstrom

t : „Dwell“ Zeit – Verweildauer des Elektronenstrahls auf einem Pixel

e : Elementarladung $1,6 \cdot 10^{-19}\text{C}$

q : Produkt aus Detektoreffizienz und Rückstreu- bzw. Sekundärelektroneneffizienz (Probeneigenschaft), typisch $q = 0.1-0.2$, da nicht jedes Sekundär- und Rückstreuetelektron vom Detektor erfasst wird

Minimaler Strom $I_{p,\min}$, um ein Objekt im Bild erkennen zu können:

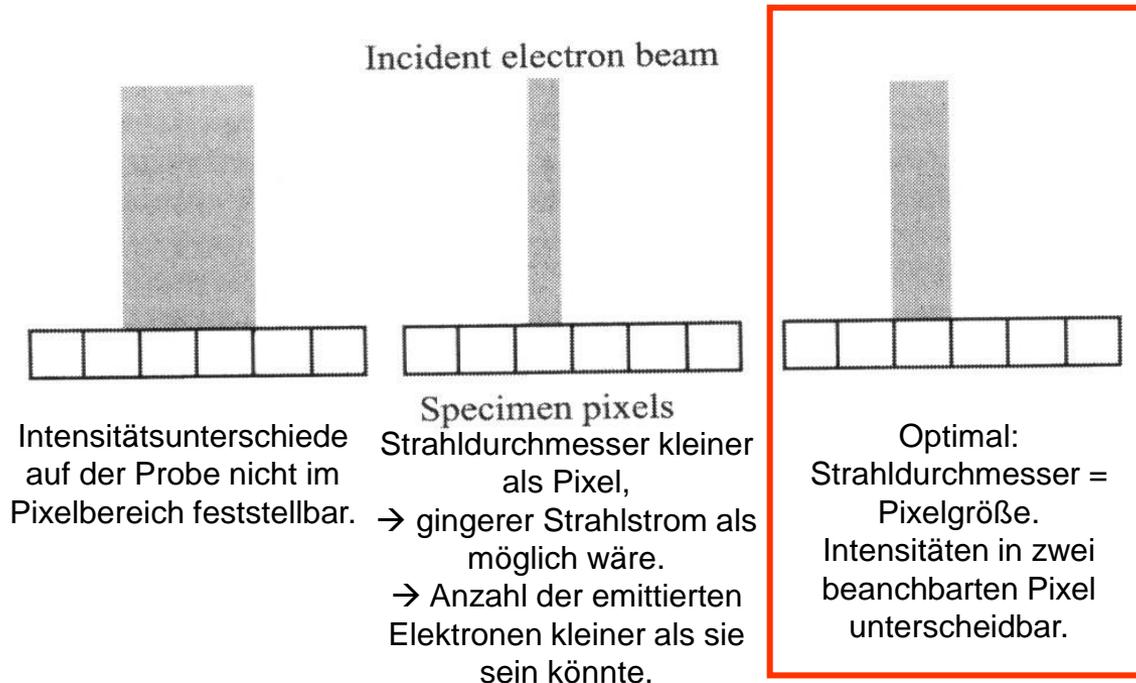
Aus Rose Kriterium folgt:

$$C > \frac{5\sqrt{\bar{n}}}{\bar{n}} = \frac{5}{\sqrt{\bar{n}}} \quad \bar{n} > \frac{25}{C^2} \quad I_{p,\min} > \frac{25 e}{q t C^2}$$

- Bestmögliche Auflösung auch durch C (Kontrast) des Objektes vorgegeben
- aus C kann der minimal erreichbare Strahldurchmesser abgeleitet werden

1.3 Apparative Aspekte

Weiterer Aspekt für das Erreichen bestmöglicher Bildschärfe im Rasterelektronenmikroskop:
Relation Pixelgröße/Strahldurchmesser



$$p = \frac{b}{M}$$

p: Pixelgröße auf der Probe
b: Pixelgröße auf Bildschirm
M: Vergrößerung

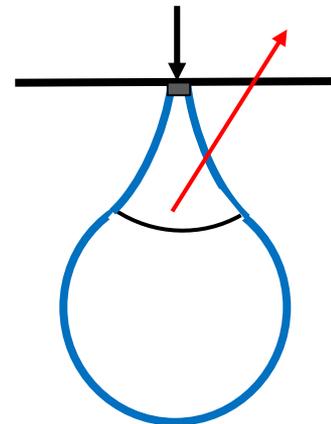
P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, „Electron Microscopy and Analysis“, Abb.5.13

Optimale Anpassung von Pixelgröße (Vergrößerung) und Strahldurchmesser, um Strukturen in zwei benachbarten Pixeln zu unterscheiden!

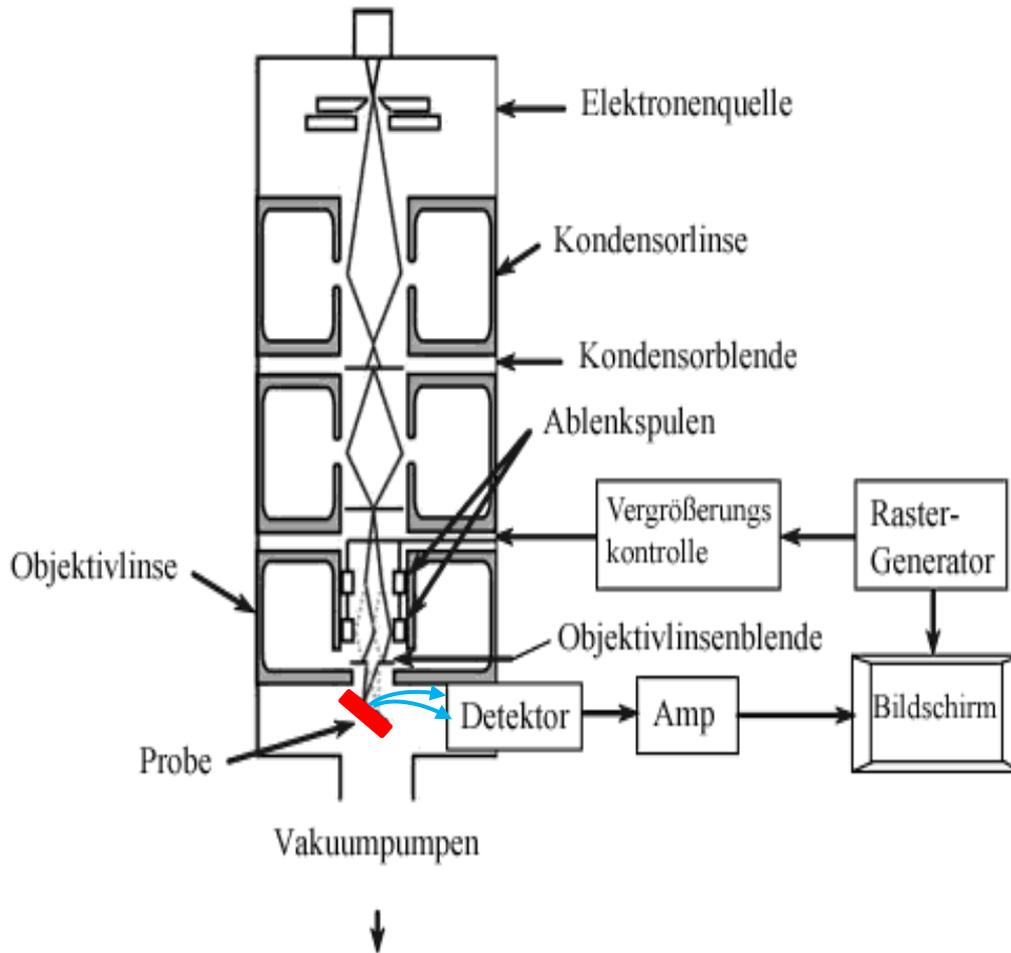
1.3 Apparative Aspekte

Auflösung in der Rasterelektronenmikroskopie:

- Kontrast der Probe legt minimalen Strahlstrom fest (Rose Kriterium); ein kontrastschwaches Objekt erfordert zur Abbildung einen hohen Strahlstrom I_p
- Strahlstrom, Primärelektronenenergie, Linseneigenschaften (C_s, C_c) und Eigenschaften der Elektronenquelle (Richtstrahlwert) bestimmen den minimalen Strahldurchmesser
- Wechselwirkungsvolumen und Austrittstiefe der emittierten Elektronen (und nicht der Strahldurchmesser) limitieren das Auflösungsvermögen bei der Abbildung mit Rückstreuelektronen



1.3 Apparative Aspekte

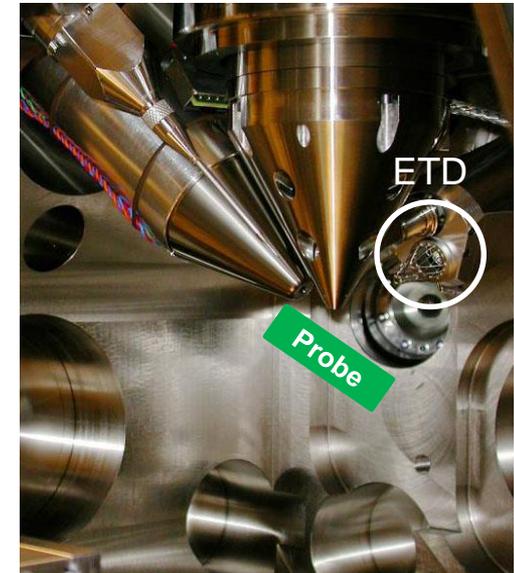
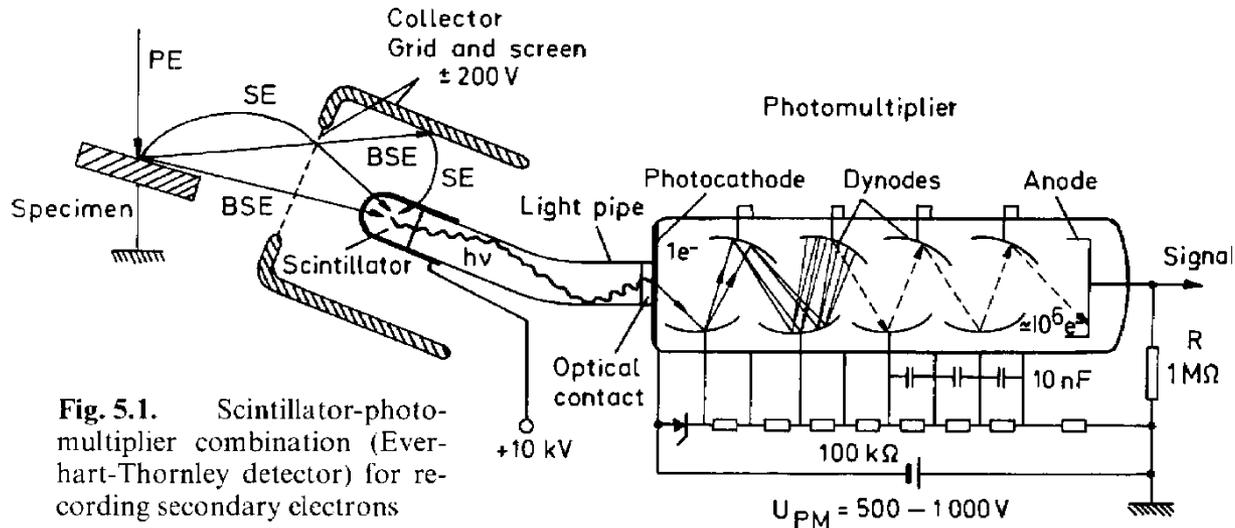


Kein abbildendes Linsensystem

- 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 Strahlelektronen
→ 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

1.3 Apparative Aspekte

Detektoren: Sekundär- und Rückstreuelektronen (Everhardt-Thornley Detektor)



L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb. 5.1

- Kombination aus Szintillator und Photomultiplier
- „Einsammeln“ von Sekundärelektronen durch Saugspannung zwischen Probe und Kollektor (positives Potential am Kollektor)
- Selektion von Rückstreuelektronen durch negatives Potential am Kollektor in Bezug auf die Probe

1.3 Apparative Aspekte

Detektoren: Rückstreuelektronen BSE

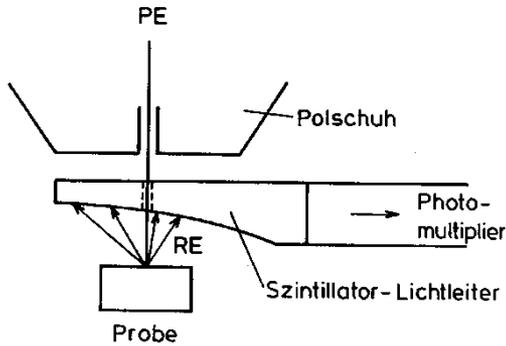


Bild 2.30:
Szintillator-Photomultiplier-
Detektor für RE
(Robinson-Detektor)

Robinson Detektor:

Szintillator-Photomultiplier Kombination
Anordnung über der Probe

→ Rückstreuelektronen aus möglichst
großem Raumwinkelbereich

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, S.72

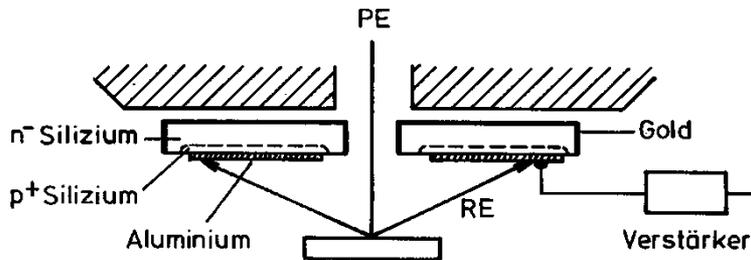


Bild 2.31: Halbleiterdetektor

Halbleiterdetektor:

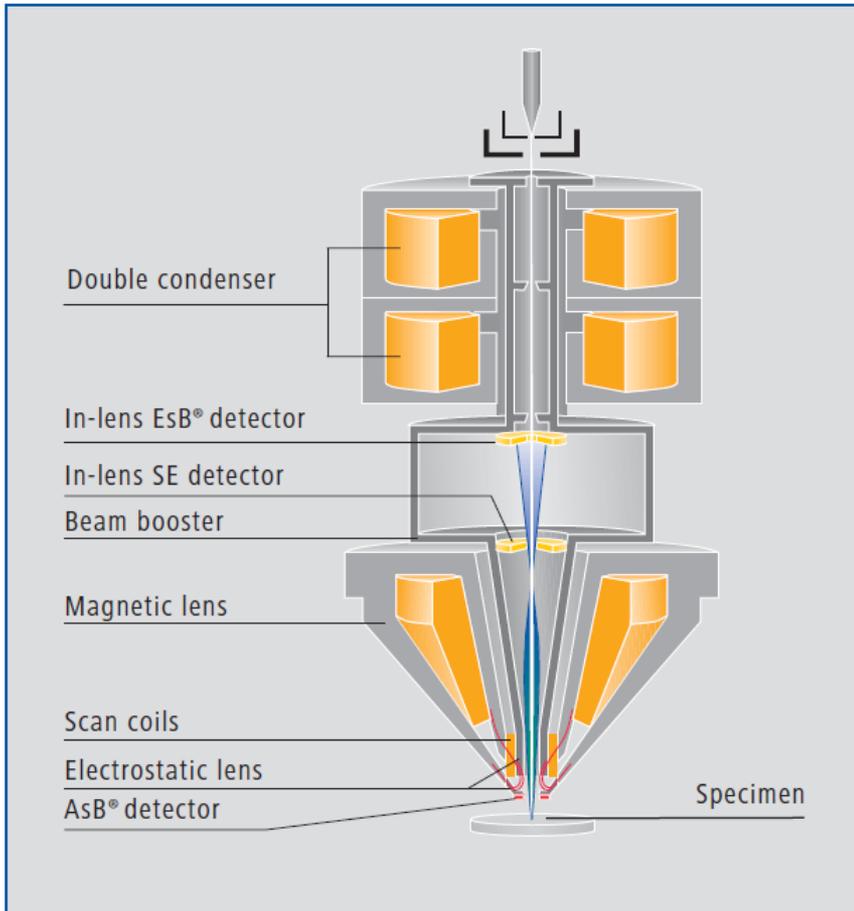
In Sperrrichtung geschalteter
p/n-Übergang

Erzeugung von e^-/e^+ Paaren durch
Rückstreuelektronen, die in Diode
(Raumladungszone)
getrennt werden.

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, S.73

1.3 Apparative Aspekte

„In-lens“ und „in-column“ Detektoren für Sekundär- und Rückstreuelektronen

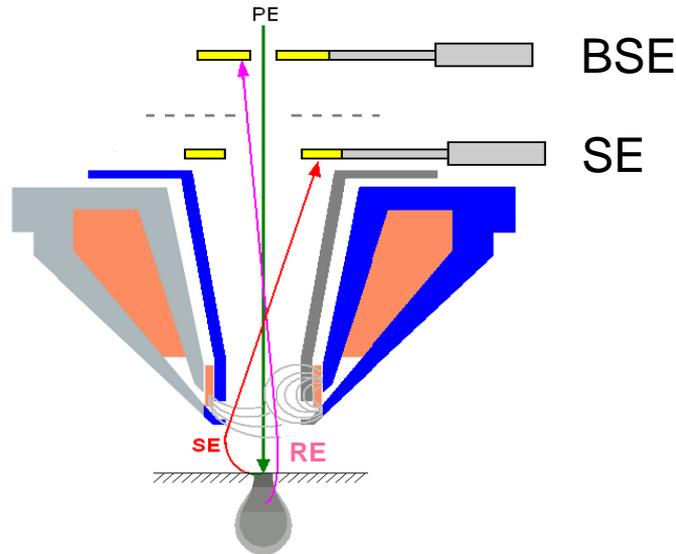


- Fokussierung des Elektronenstrahls bei ≥ 20 keV
 - Abbremsen auf gewünschte E_0 im unteren Bereich des Objektivs durch elektrostatische Linse
 - gleichzeitig Einsammeln und Beschleunigung von Sekundärelektronen und Rückstreuelektronen durch das Feld der elektrostatischen Linse
- mehr detektierte Elektronen, deutliche Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnisses

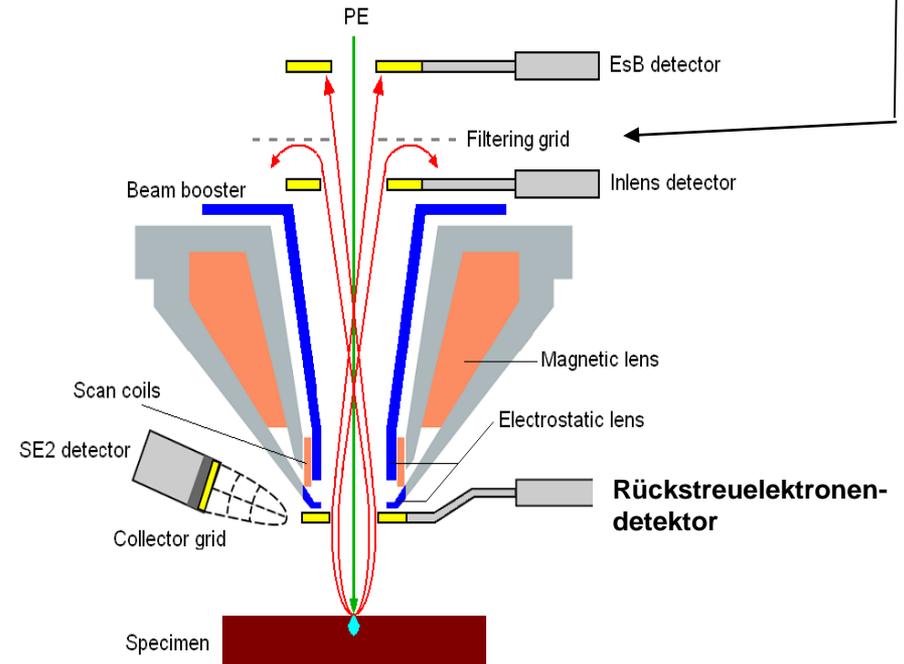
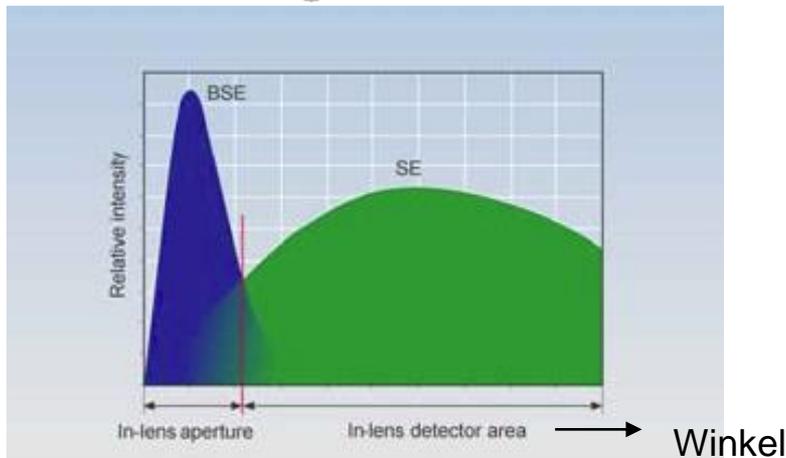
Michael D.G. Steigerwald, New Detection System for ZEISS FEG-SEM („Gemini“ Säule), GIT Imaging & Microscopy 4/2003, S. 46

1.3 Apparative Aspekte

„In-lens“ und „in-column“ Detektoren für Sekundär- und Rückstreuerelektronen



- Unterschiedliche Winkelverteilung von Sekundär- und Rückstreuerelektronen
- Separation durch Detektordurchmesser
- Anlegen einer Vorspannung (Bias) bei der Detektierung von Rückstreuerelektronen

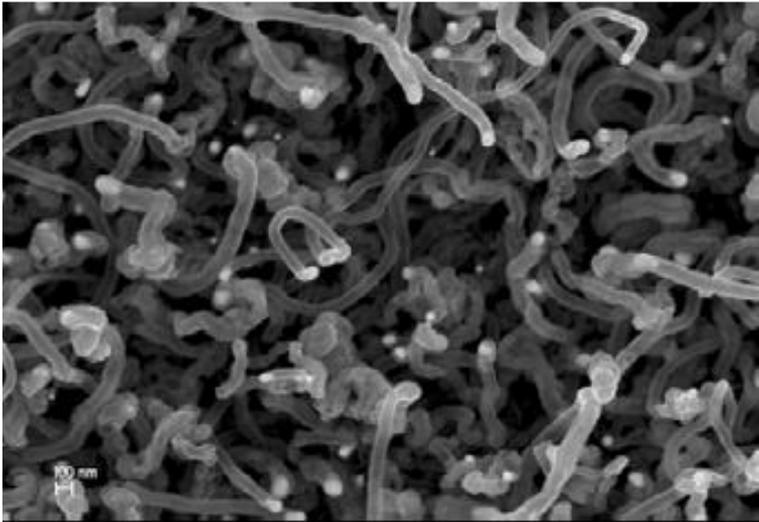


1.3 Apparative Aspekte

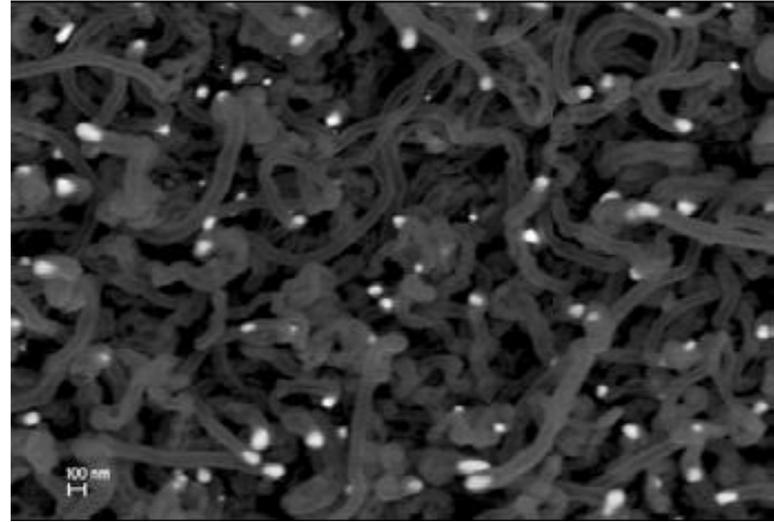
Detektoren: „In-lens“ Detektoren für Sekundär- und Rückstreuelektronen

Abbildung des gleichen Objektes (C-Nanoröhren mit Metallkatalysator) mit

in-lens SE Detektor



in-lens BSE Detektor

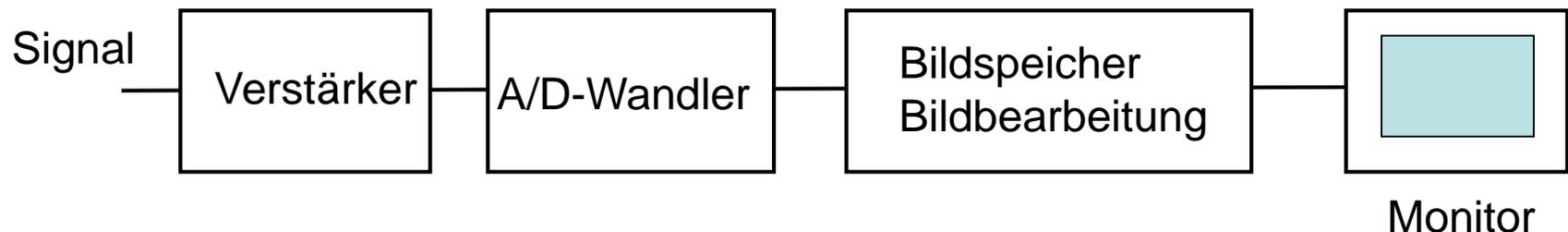


Michael D.G. Steigerwald, New Detection System for ZEISS FE-SEM
(„Gemini“ Säule), GIT Imaging & Microscopy 4/2003, S. 46

1.3 Apparative Aspekte

Digitalisierung und Signalverarbeitung

- Ortsabhängiges Aufsammeln (pixelweise) von aus der Probe emittierten Elektronen durch den Detektor und Verstärkung
- Umwandlung des Signals durch analog/digital (A/D)-Wandler in digitales Signal
- Darstellung der Bildhelligkeit in mindestens 256 Graustufen
- Einlesen in Bildspeicher
- Kontinuierliche Darstellung des Bildspeicherinhaltes mit TV-Rate auf einem Monitor unabhängig von der Scan Rate, die viel langsamer ist, wenn ein Bild mit guten Signal/Rausch Verhältnis aufgenommen wird
- Kontrastanpassung/Kontrastbearbeitung des Bildspeicherinhaltes
- Nachträgliche Bildbearbeitung durch geeignete Software (ImageJ etc.)



1.3 Apparative Aspekte

Signalsteuerung/Signalverarbeitung

Steuerung „Helligkeit“:
Untergrundabzug

Steuerung „Kontrast“:
Steigung der Verstärkerkennlinie

Weitere Kontrastmanipulationen:
 γ Korrektur (nichtlineare Kontrastverstärkung)

Inversion

Differentiation

P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland,
Electron Microscopy and Analysis, Abb. 5.30

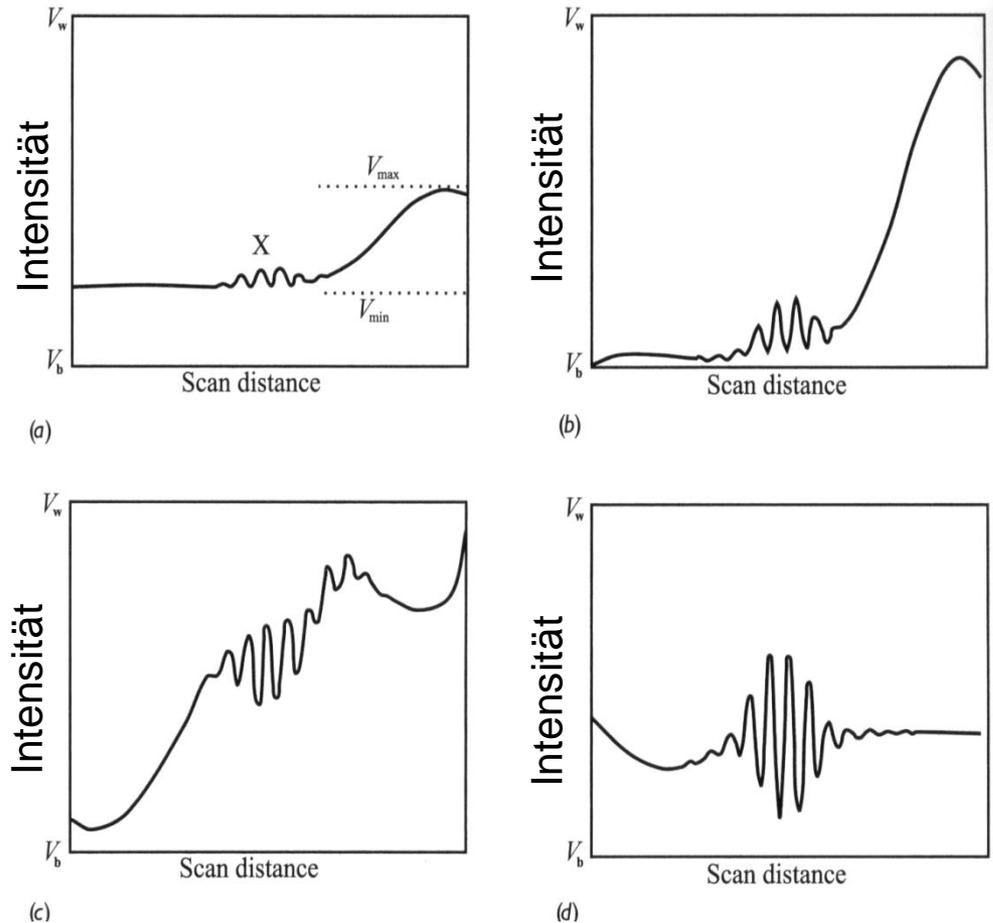
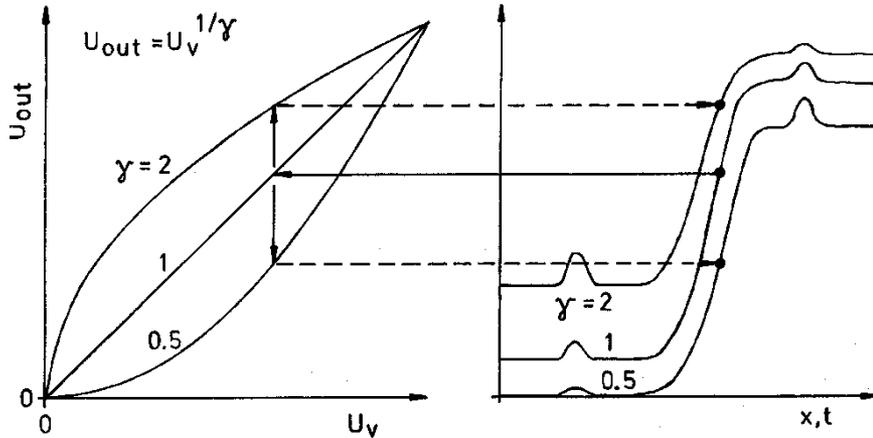


Figure 5.30 The simplest type of signal processing. (a) The original signal from the detector. (b) Signal adjusted for optimum display on CRT by increasing the amplifier gain (contrast control) and subtracting a DC or black level component (brightness control). (c) Non-linear amplification (gamma control) may be used to emphasize features with weak contrast. (d) Signal differentiation removes gradual background variations in the signal.

1.3 Apparative Aspekte

Signalverarbeitung: Gammakorrektur



U_v : Eingangssignal
 U_{out} : Ausgangssignal

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb. 5.32

Fig. 5.32. Left: characteristics of an amplifier with $U_{out} = U_v^{1/\gamma}$ Right: Modification of small contrast differences at low and high signal levels after applying a γ control

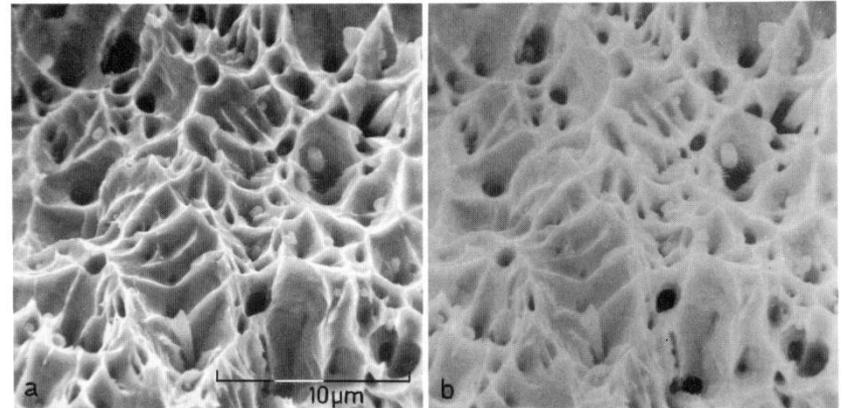
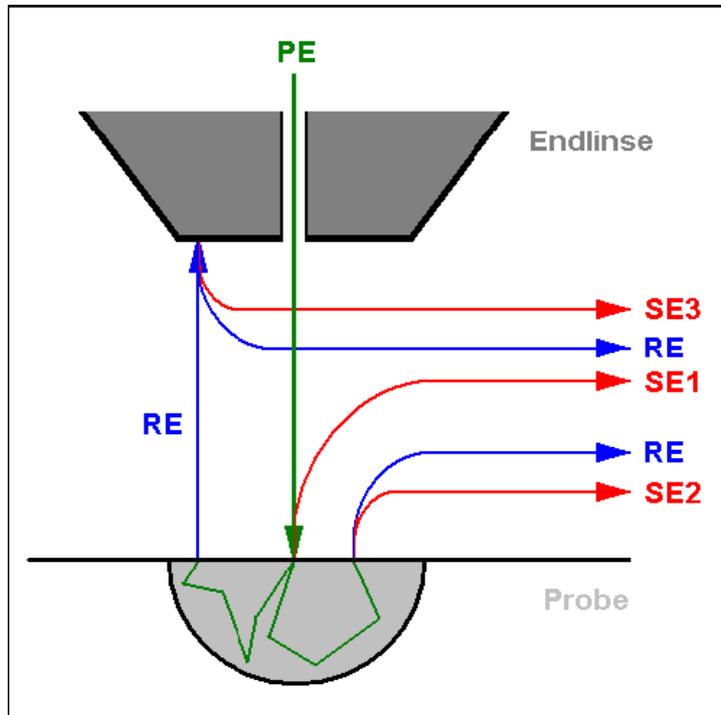


Fig. 5.33 a, b. Change of contrast when applying a γ control with (a) $\gamma < 1$ (normal mode) and (b) $\gamma = 4$ (fracture surface of copper)

L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Abb. 5.33

1.4 Abbildungsmodi



- SE1: Entstehung nahe Primärelektronenstrahl → SE für Abbildung mit hoher Auflösung
- SE2: Entstehung an der Austrittsstelle von RE
- SE3: Entstehung durch RE im Bereich der Kammer und des Objektivs

SE: Sekundärelektronen

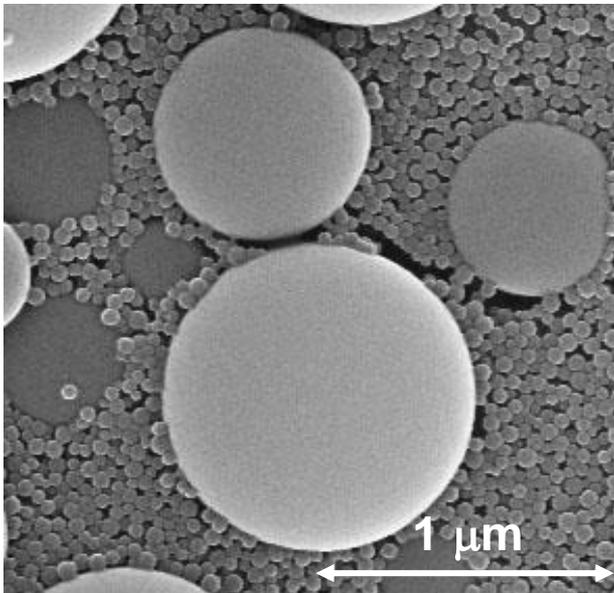
RE: Rückstreuelektronen (englisch BSE: backscattered electrons)

1.4 Abbildungsmodi

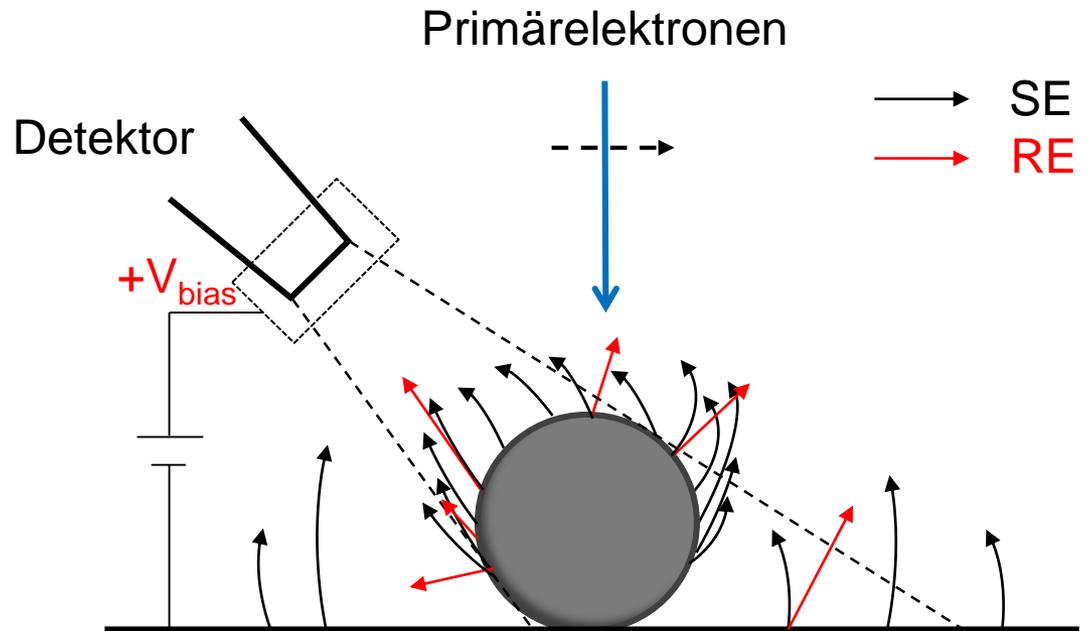
Topographie Kontrast mit dem Everhard-Thornley Detektor: Abbildung mit Sekundärelektronen

Kontrast bestimmt durch

- räumliche Anordnung des Detektors in Relation zum Objekt
- lokale Neigung der Probenoberfläche zur Richtung des Primärelektronenstrahls
→ Topographiekontrast



Volker Zibat (LEM)

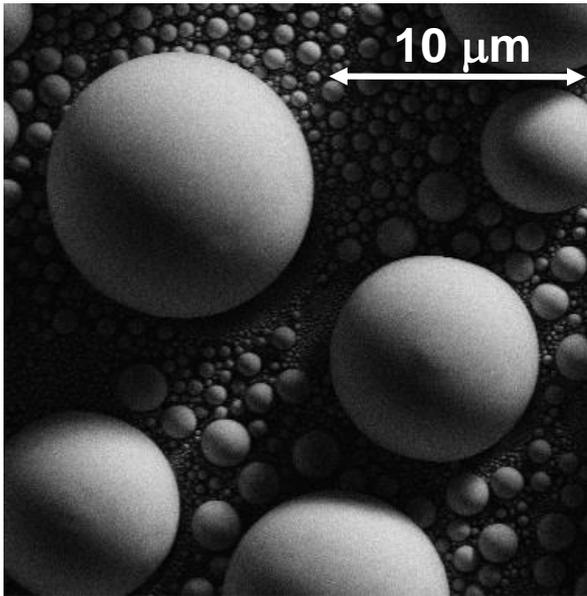


1.4 Abbildungsmodi

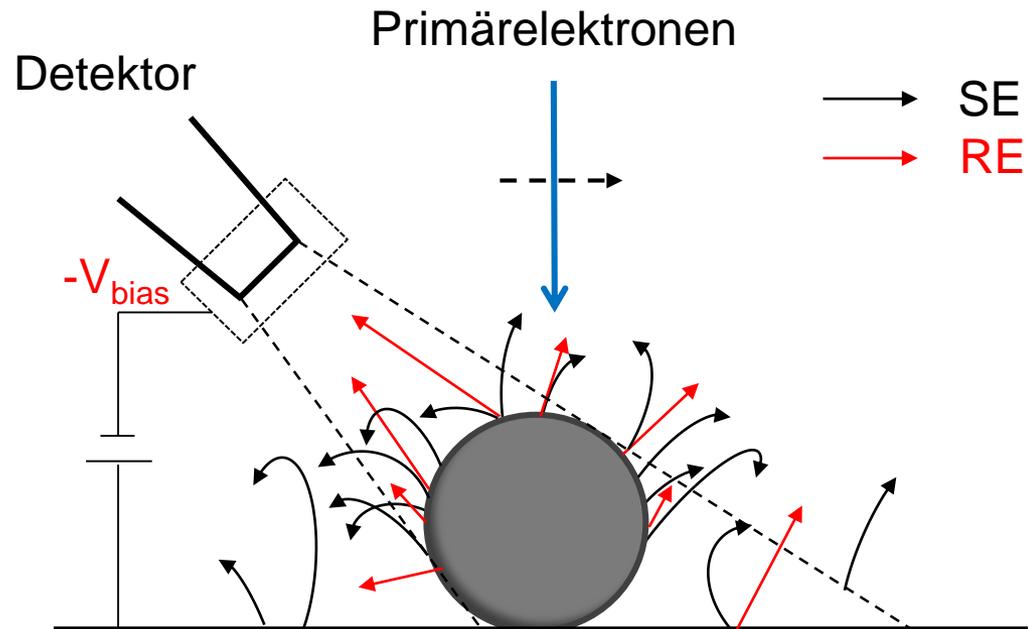
Kontrast mit dem Everhardt-Thornley Detektor: Abbildung mit Rückstreuelektronen

Kontrast bestimmt durch

- lokale Neigung der Probenoberfläche zur Richtung des Primärelektronenstrahls
- räumliche Anordnung des Detektors in Relation zum Objekt
- Ordnungszahl des Probenmaterials
 - Topographiekontrast
 - Materialkontrast



Volker Zibat (LEM)



1.4 Abbildungsmodi

Topographie- und Materialkontrast mit dem Everhardt-Thornley Detektor

Effekte:

- *Anzahl der erzeugten SE bzw. RE*

Rückstreuoeffizient η = Anzahl der RE / Primärelektron

abhängig von

- a) Winkel zwischen Probenoberfläche und Primärelektroneneinfallrichtung
- b) Ordnungszahl → Materialkontrast

Sekundärelektronenausbeute δ = Anzahl der SE / Primärelektron

abhängig von

- a) Winkel zwischen Probenoberfläche und Primärelektroneneinfallrichtung
- b) Ordnungszahl/Materialkontrast schwach

- *Orientierung des Detektors zum Objekt* → „Schattenwirkung“
- *Kollektionswinkelbereich des Detektors*

1.4 Abbildungsmodi

Rückstreuелеktronenkoeffizient (Messdaten)

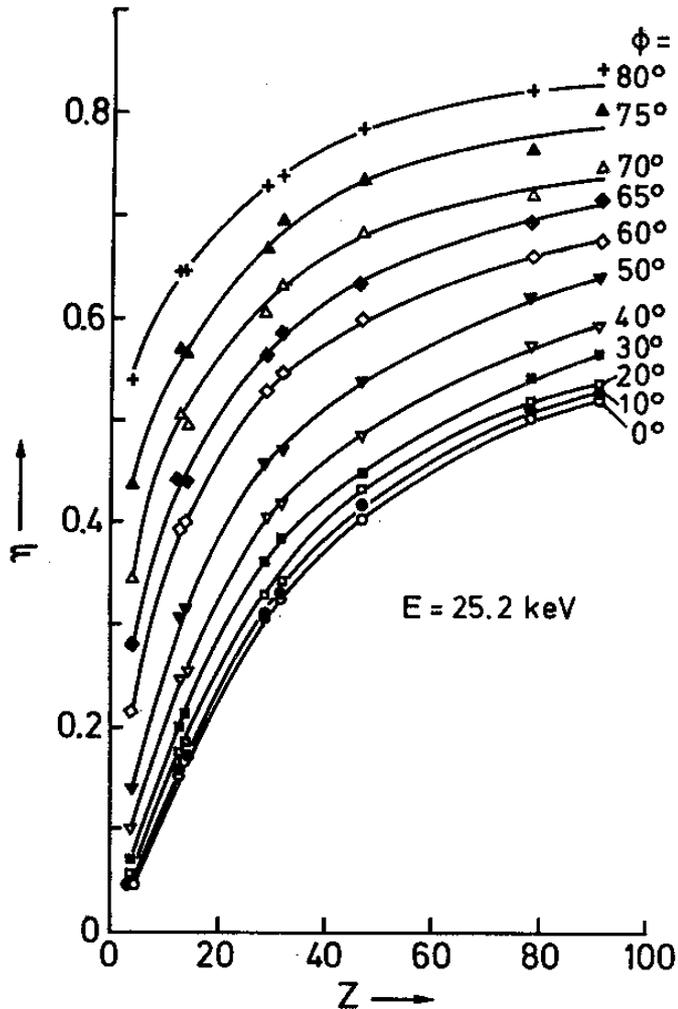


Fig. 4.7. Increase of the backscattering coefficient η of 25.2 keV electrons with increasing atomic number Z for different tilt angles ϕ ($\phi = 0$: normal incidence) [4.1]

- η abhängig vom Einfallswinkel ϕ der Primärelektronen
→ Topographiekontrast
- η abhängig von der Ordnungszahl Z
→ Materialkontrast
- optimaler Materialkontrast bei senkrechtem Einfallswinkel

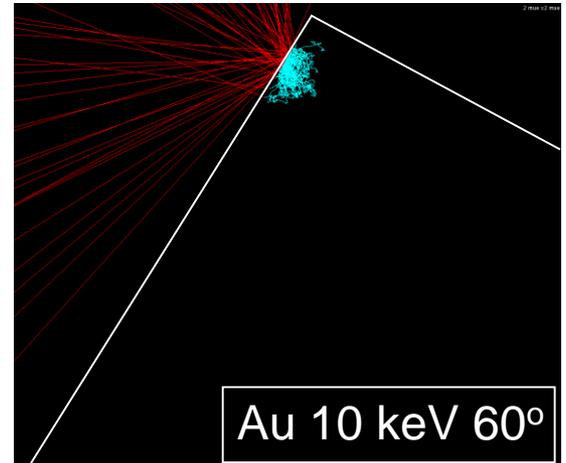
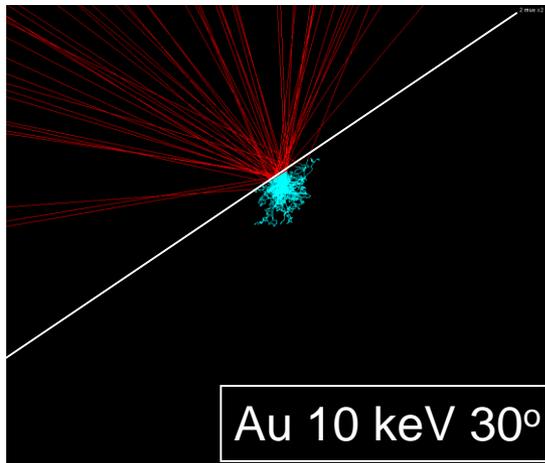
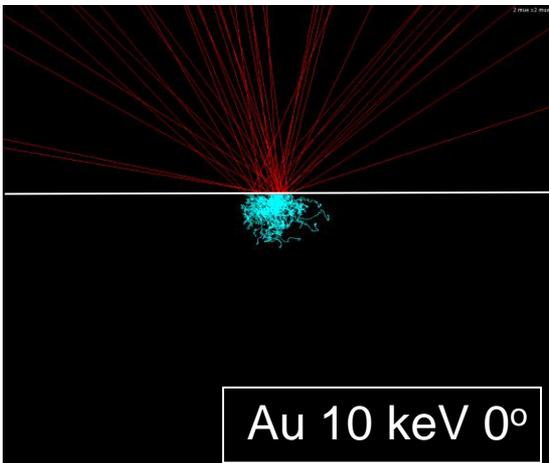
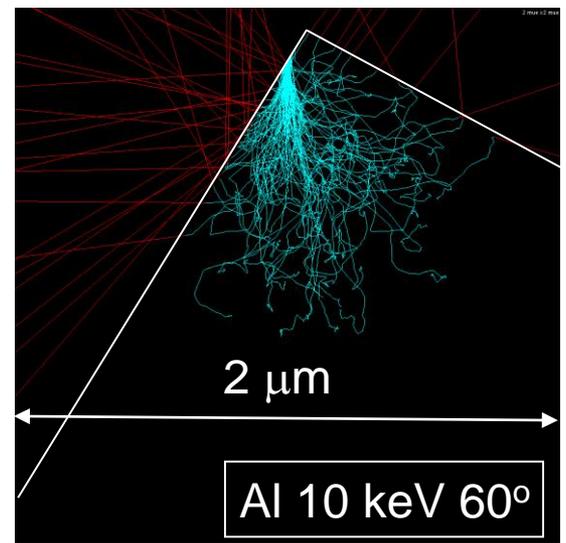
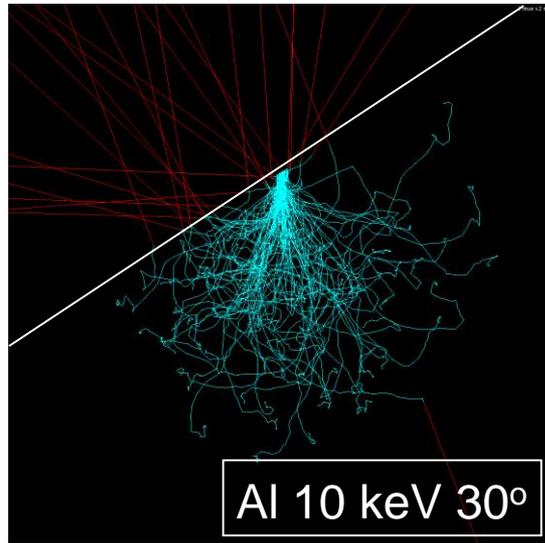
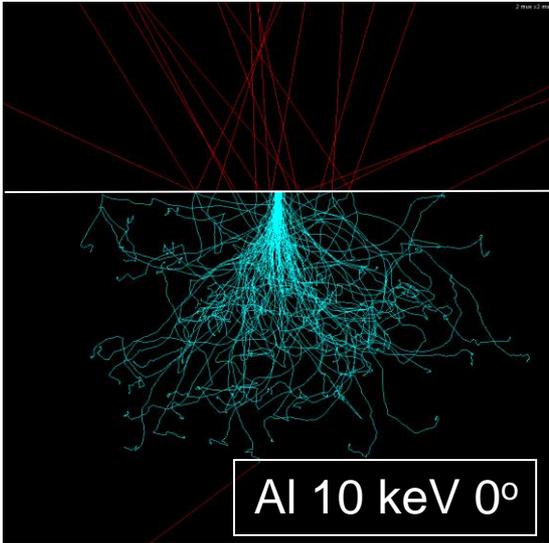
$$\eta(Z, \phi) = (1 + \cos \phi)^{\frac{-9}{\sqrt{Z}}}$$

Andere Fitfunktionen für η (siehe L. Reimer, Kap. 4)

L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.4.7

1.4 Abbildungsmodi

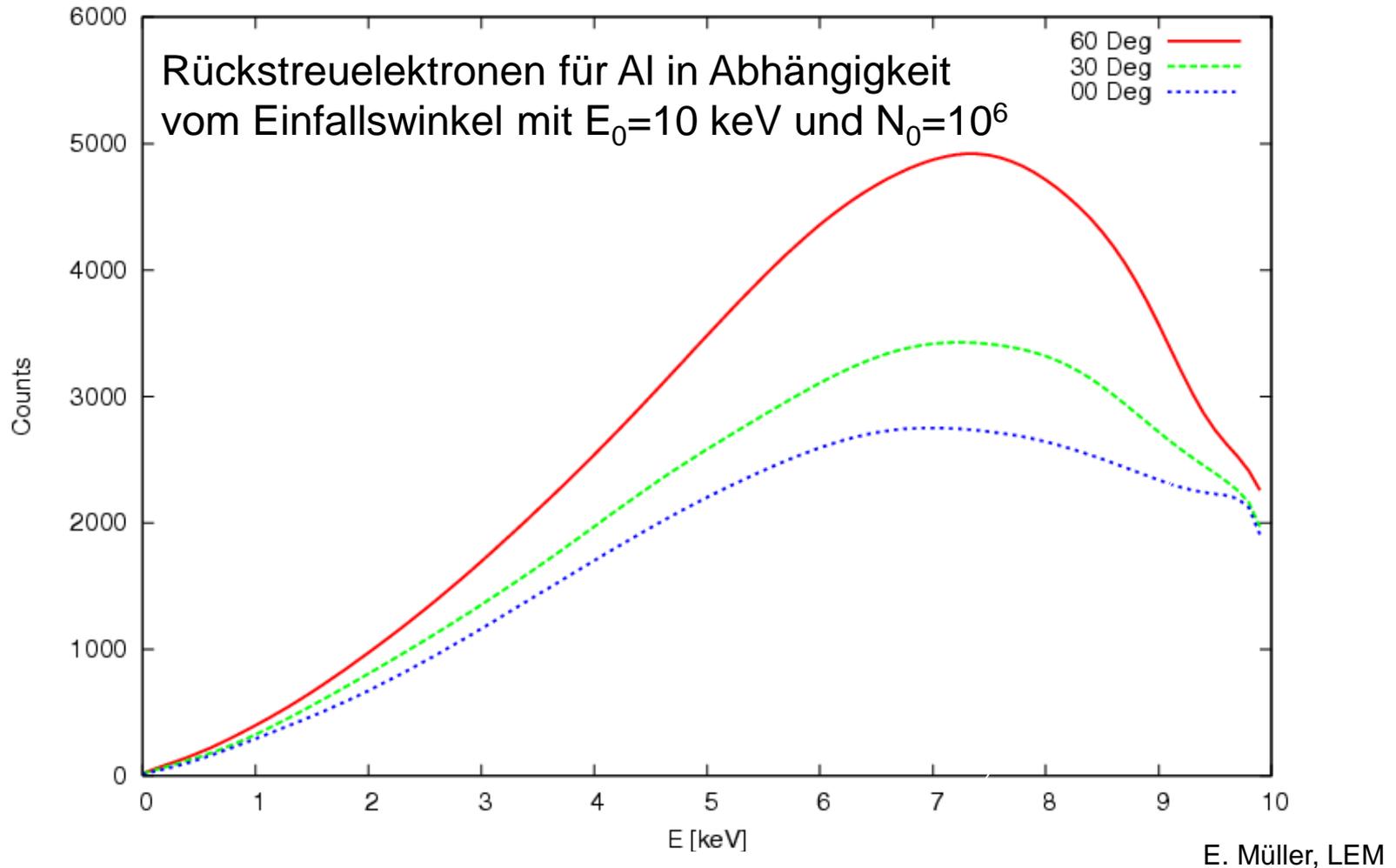
Abbildung mit Rückstreuelektronen: Monte-Carlo Simulationen



E. Müller (LEM)

1.4 Abbildungsmodi

Abbildung mit Rückstreuelektronen: Monte-Carlo Simulationen



Zusammenfassung

- Abhängigkeit des Strahldurchmessers von Eigenschaften des Rasterelektronenmikroskops (Linsenfehler, Elektronenquelle) und vom Benutzer beeinflussbaren Größen (Strahlstrom, Elektronenenergie)
- Auflösung ist nicht allein durch kleinstmöglichen Strahldurchmesser bestimmt, sondern auch durch die Eigenschaften (Kontrast) des abzubildenden Objektes, Wechselwirkungsvolumen der Primärelektronen in der Probe und Energie der emittierten Elektronen (Sekundär-, Rückstreuelektronen)
- Es gibt unterschiedliche Detektoren im Rasterelektronenmikroskop, die sich in der Kammer oder in der Säule des Gerätes („in-lens“ und „in-colum“ Detektoren) befinden, und die eine Unterscheidung zwischen Sekundär- und Rückstreuelektronen erlauben
- Kontrolle des Bildkontrastes bei der Bildaufnahme durch „Helligkeit/Brightness“ und „Kontrast/Contrast“
- Zahlreiche Möglichkeiten der Verbesserung des Bildkontrastes durch nachträgliche Bildbearbeitung; jedoch dürfen Bildinhalte nicht unzulässig manipuliert werden