

# Praktikum SoSe 2023

---

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

Gruppe	Praktikumstag	Name	Vorname	Mail
<b>1</b>	<b>Dienstag 13.00 Uhr</b>	Dortmund	Mareike	uwsqf@student.kit.edu
		Werner	Julius	julius.werner@student.kit.edu
		Schwartz	Arne	uhreq@student.kit.edu
<b>2</b>	<b>Donnerstag 13.00 Uhr</b>	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

Yolita Eggeler, yolita.eggeler@kit.edu, Tel. 608-43724, Büro: 2.OG, CFN (Geb.30.25), Raum 215

### **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

# 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 (Orientierungscontrast)

EBSD: Electron Backscatter Diffraction

1.5 Environmental (Niederdruck) Rasterelektronenmikroskopie

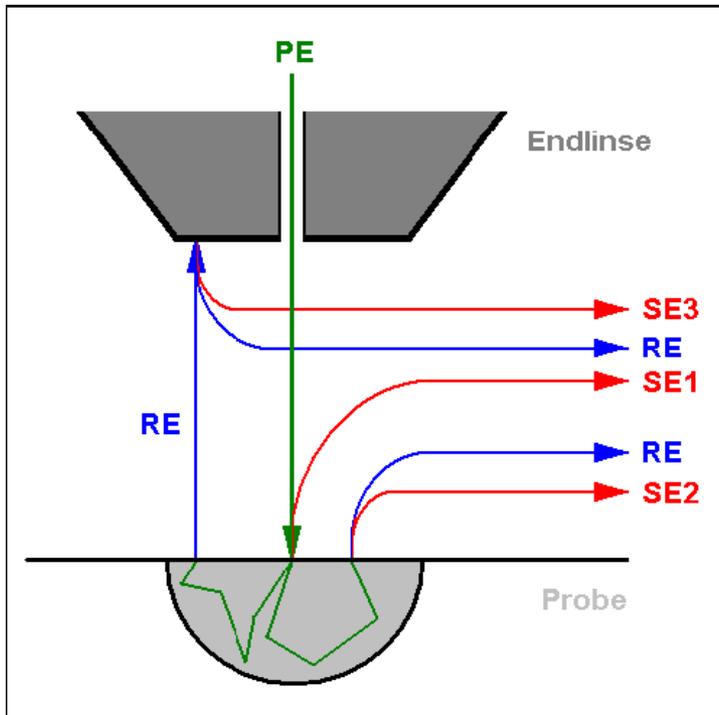
1.6 Abbildung mit elektronenstrahlinduzierten Strömen (EBIC: electron-beam induced currents)

1.7 Kathodolumineszenz

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente

1.9 Elektronenstrahlolithographie

## 1.4 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

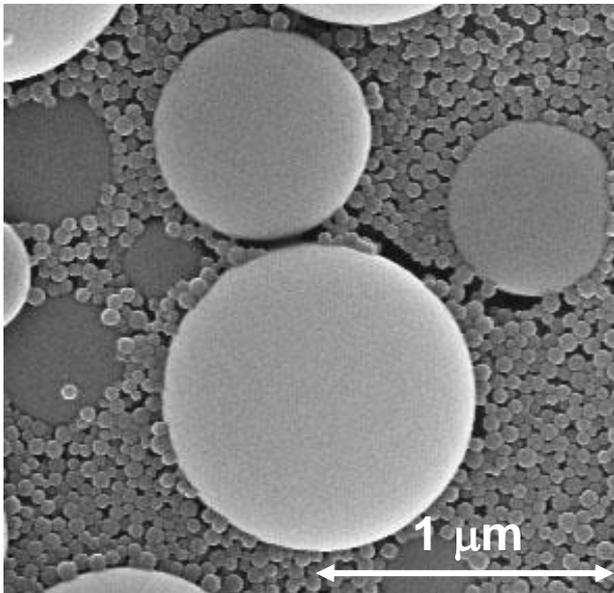
RE: Rückstreuelektronen (englisch BSE: backscattered electrons)

## 1.4 Abbildungsmodi

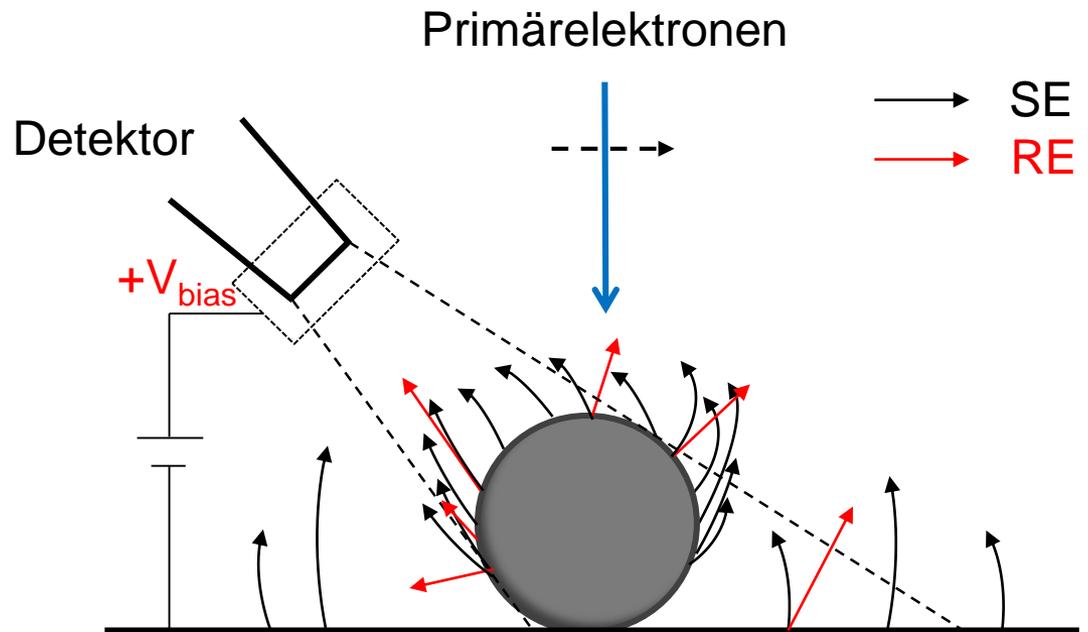
### Topographie Kontrast mit dem Everhardt-Thornley Detektor: Abbildung mit Sekundärelektronen

Kontrast bestimmt durch

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



Volker Zibat (LEM)

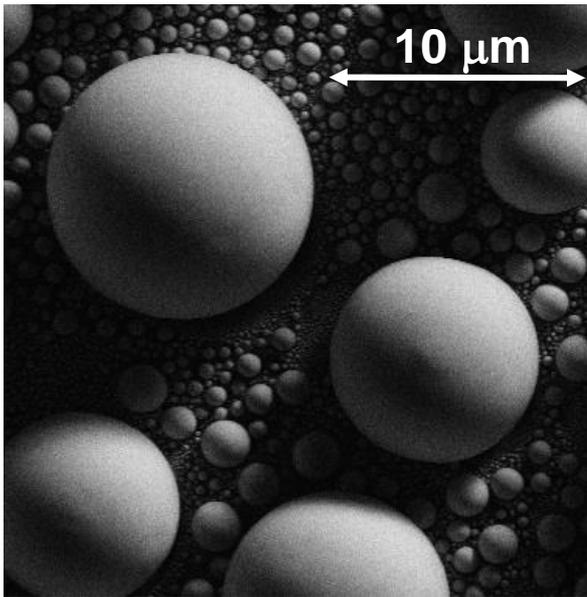


# 1.4 Abbildungsmodi

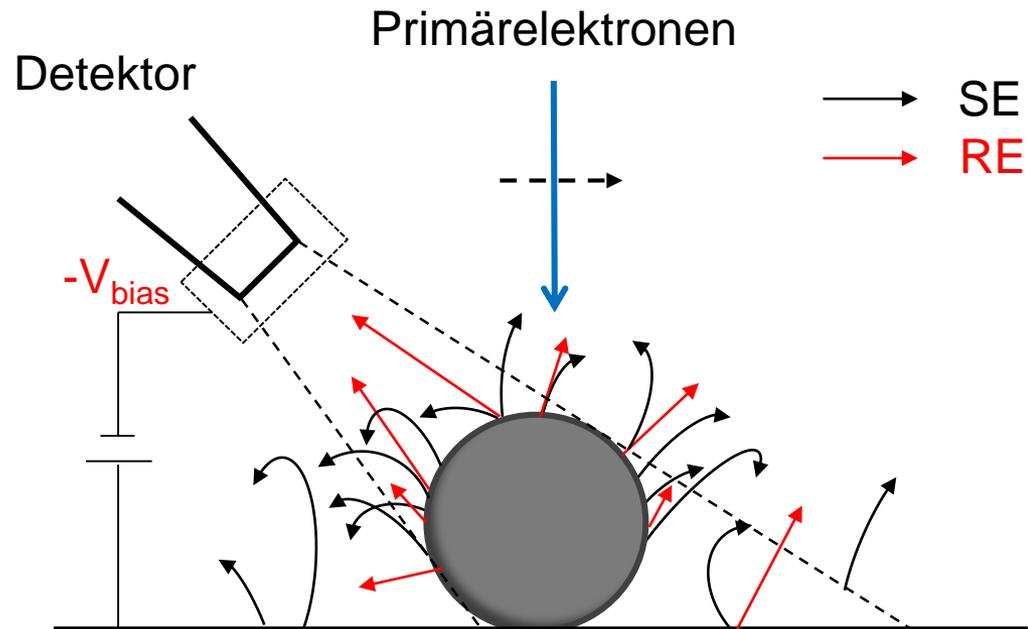
## Kontrast mit dem Everhardt-Thornley Detektor: Abbildung mit Rückstreuelektronen

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*

Rückstreukoeffizient  $\eta$  = Anzahl der RE / Primärelektron

abhängig von

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

Sekundärelektronenausbeute  $\delta$  = Anzahl der SE / Primärelektron

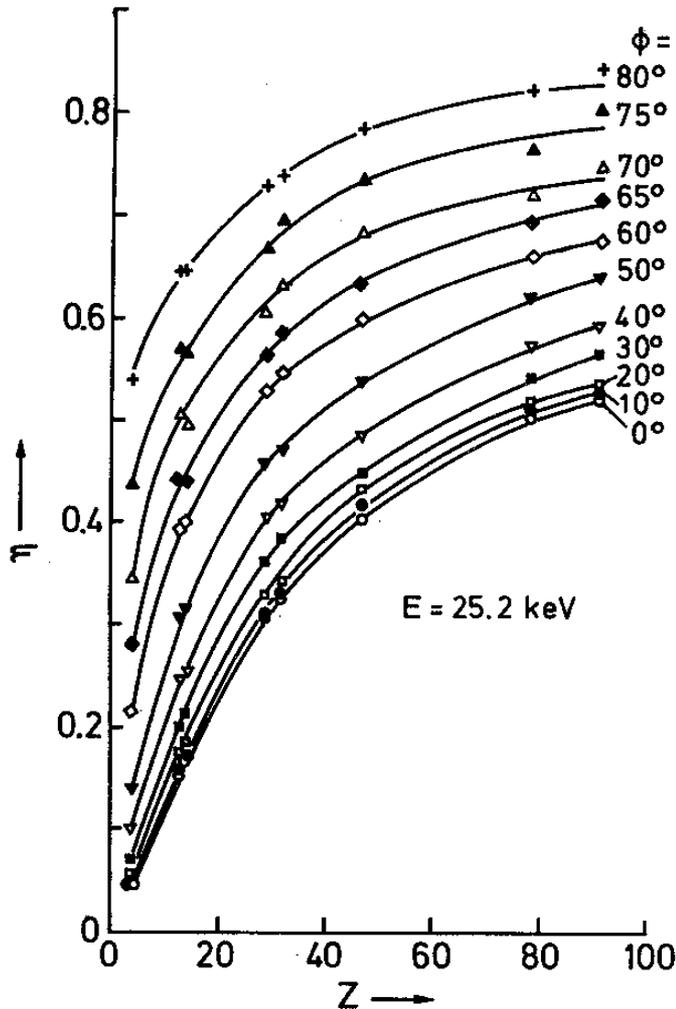
abhängig von

- a) Winkel zwischen Probenoberfläche und Primärelektroneneinflallsrichtung
- 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  $\eta$  of 25.2 keV electrons with increasing atomic number  $Z$  for different tilt angles  $\phi$  ( $\phi = 0$  : normal incidence) [4.1]

- $\eta$  abhängig vom Einfallswinkel  $\phi$  der Primärelektronen  
→ Topographiekontrast
- $\eta$  abhängig von der Ordnungszahl  $Z$   
→ Materialkontrast
- optimaler Materialkontrast bei senkrechtem Einfallswinkel

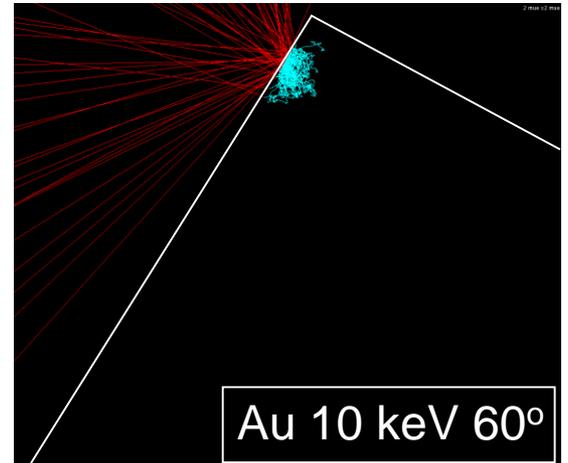
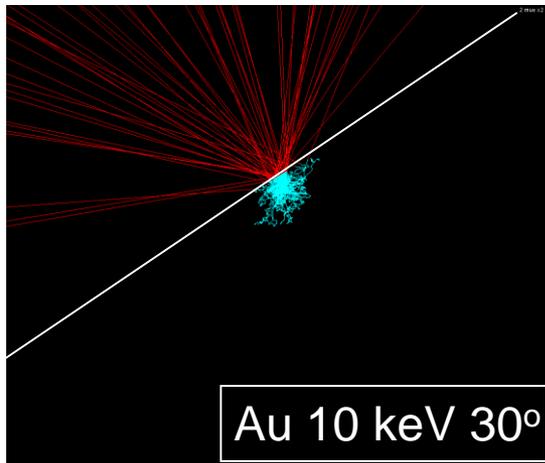
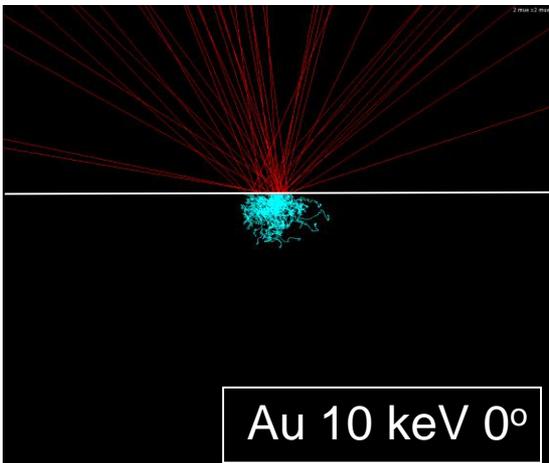
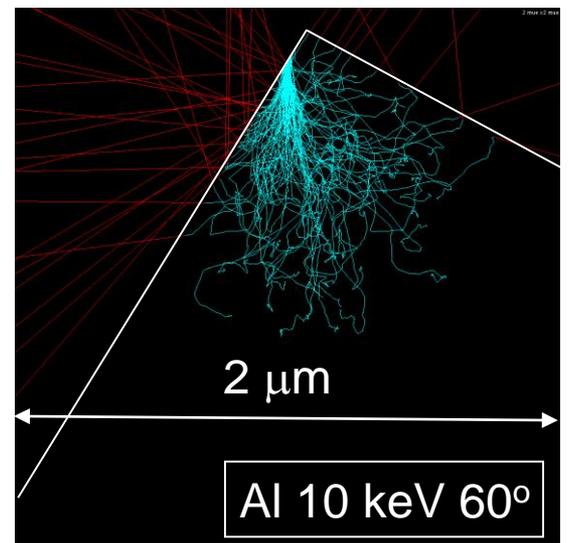
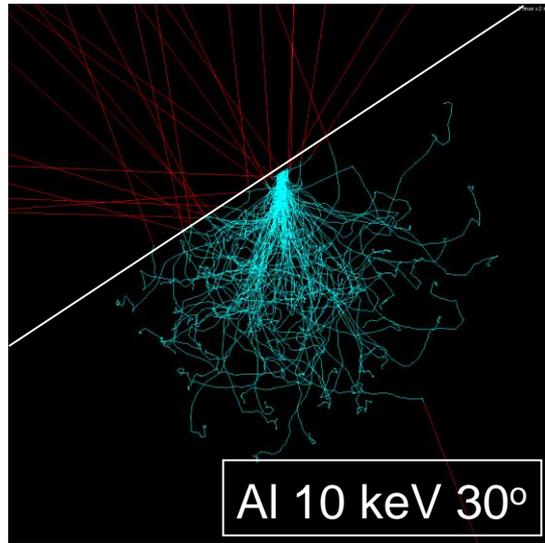
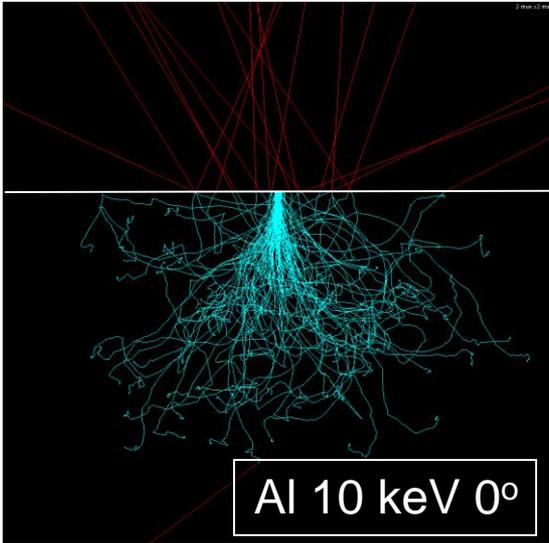
$$\eta(Z, \phi) = (1 + \cos \phi)^{\frac{-9}{\sqrt{Z}}}$$

Andere Fitfunktionen für  $\eta$  (siehe L. Reimer, Kap. 4)

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

# 1.4 Abbildungsmodi

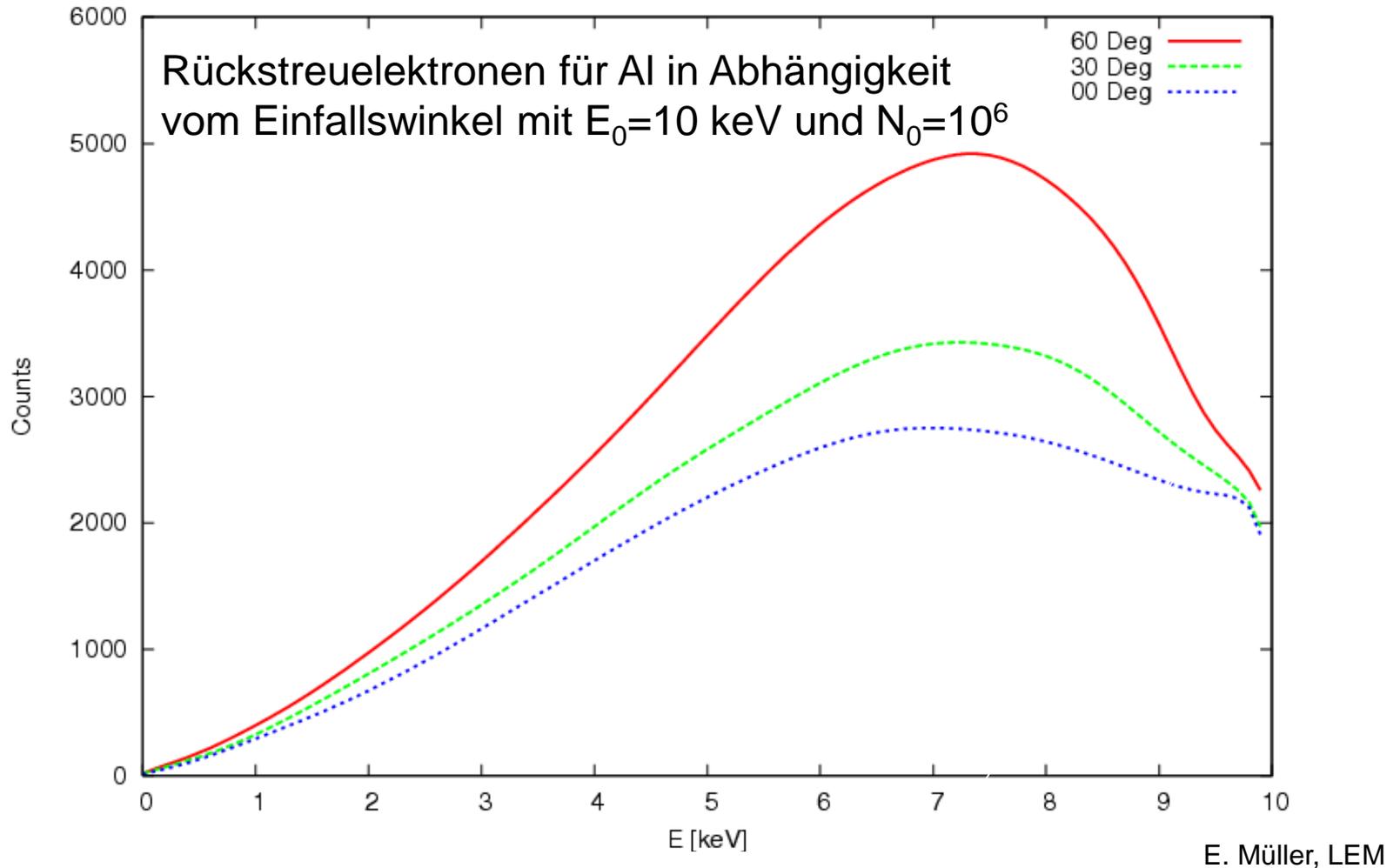
## Abbildung mit Rückstreuelektronen: Monte-Carlo Simulationen



E. Müller (LEM)

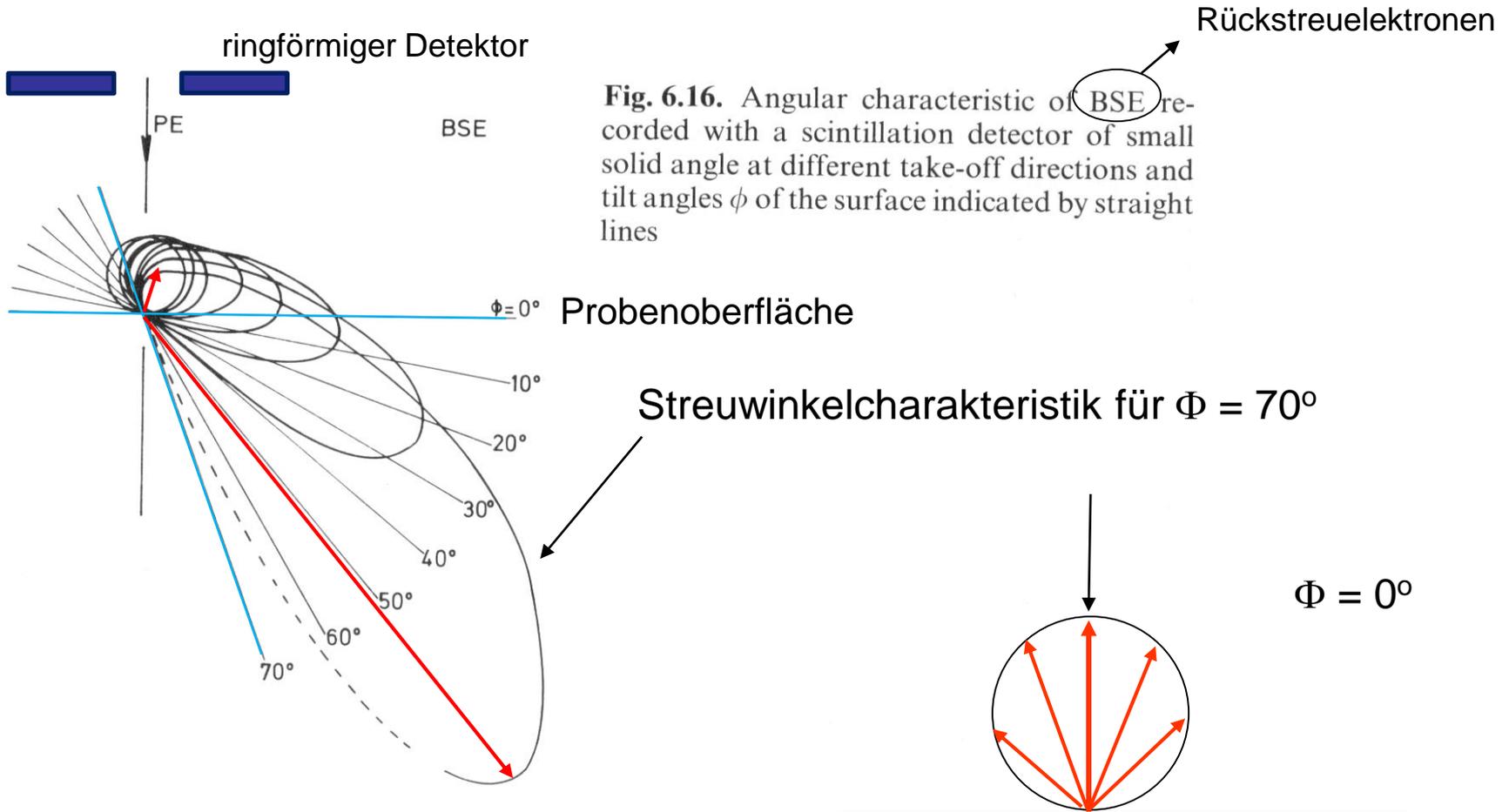
# 1.4 Abbildungsmodi

## Abbildung mit Rückstreuelektronen: Monte-Carlo Simulationen



# 1.4 Abbildungsmodi

## Abbildung mit Rückstreuelektronen: Richtungsabhängigkeit der emittierten RE vom Einfallswinkel $\Phi$



L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.6.16

# 1.4 Abbildungsmodi

## Materialkontrast mit Rückstreuelektronen

- Unterdrückung von Topographiekontrast —————> Politur der Oberfläche
- Probenoberfläche senkrecht zum Elektronenstrahl
- möglichst große Detektorfläche

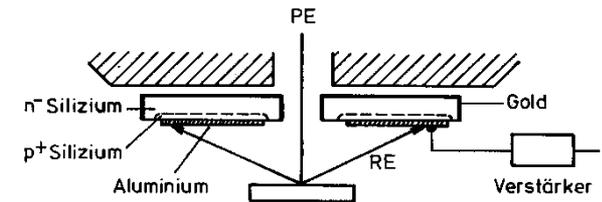
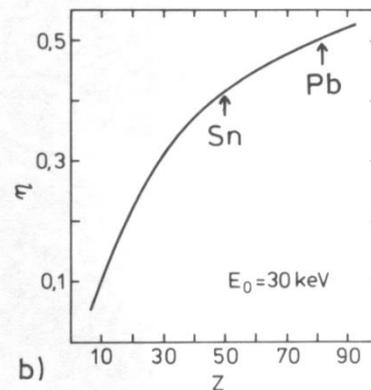
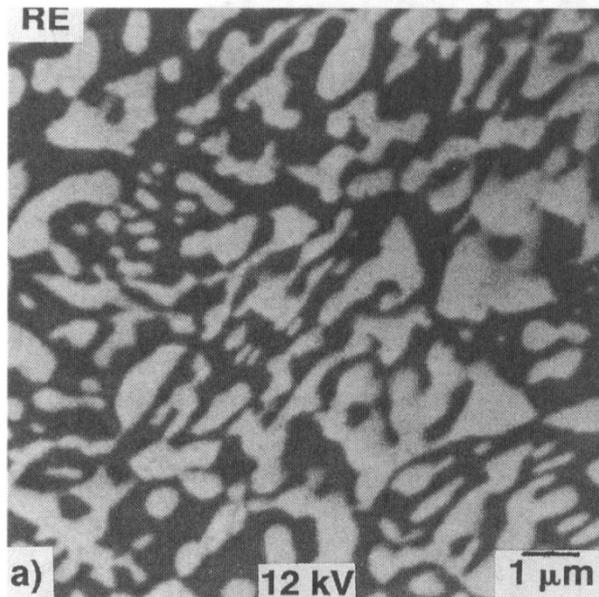


Bild 2.31: Halbleiterdetektor

Bild 5.6: Materialkontrast

- a) RE-Abbildung einer Blei-Zinn-Legierung (Helle Phasen: Blei, dunkle Phasen: Zinn)
- b) Rückstreuoeffizient  $\eta$  in Abhängigkeit von der Ordnungszahl (für PE-Beschleunigungsspannungen  $> 5 \text{ kV}$ )

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb. 5.6

## 1.4 Abbildungsmodi

### Räumliche Auflösung bei der Materialkontrastabbildung mit Rückstreuielektronen

Table 5.1 Atomic number contrast

Phase <i>1</i>	$Z_1$	Phase <i>2</i>	$Z_2$	$\eta_1$	$\eta_2$	Contrast %	Resolution Degradation (nm)
Al	13	Mg	12	0.153	0.141	7.6	19
Al	13	Cu	29	0.153	0.304	49.4	5
Al	13	Pt	78	0.153	0.485	68.4	4
Cu	29	Zn	30	0.304	0.310	2.3	47
$\alpha$ -brass	29.4	$\beta$ -brass	29.5	0.305	0.306	0.2	264

Materialkontrast  $C = \frac{\eta_1 - \eta_2}{\eta_1}$

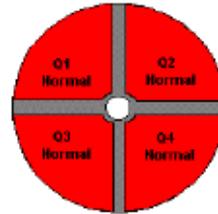
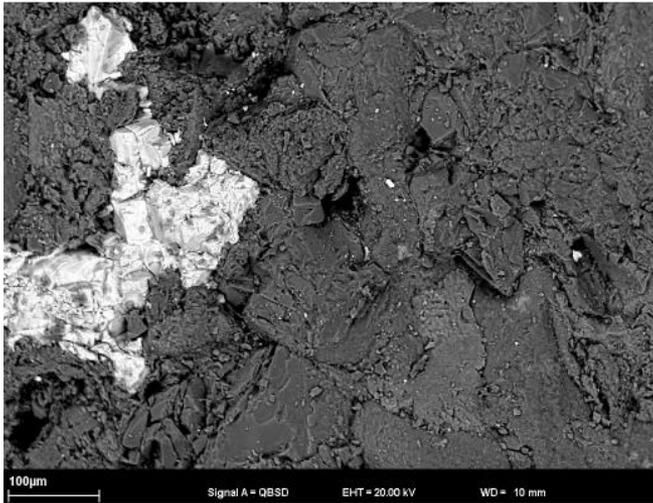
P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland,  
Electron Microscopy and Analysis, Tabelle 5.1

Kontrast  $\rightarrow$  minimaler Strahlstrom  $\rightarrow$  minimaler Strahldurchmesser  $d_{\min}$

Jedoch: Austrittsbereich der RE (Wechselwirkungsvolumen) oft  $\gg$  Strahldurchmesser  
 $\rightarrow$  Auflösung bei hohen  $E_0$  nicht durch  $d_{\min}$  bestimmt

# 1.4 Abbildungsmodi

## Material- und Topographiekontrast mit Rückstreuelektronen



Materialkontrast (COMPO)

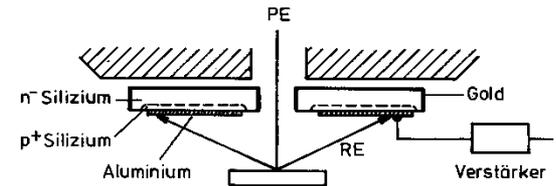
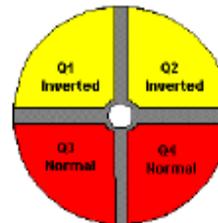
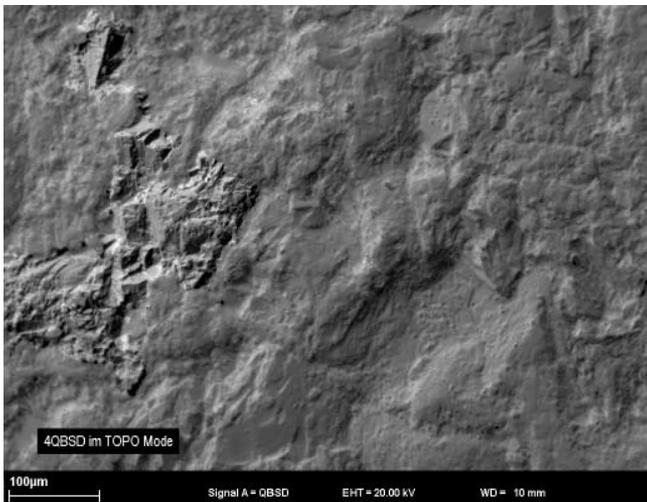


Bild 2.31: Halbleiterdetektor



Topographiekontrast (TOPO)

Topographiekontrast durch Subtraktion des Signals aus den Quadranten Q1, Q2 vom Signal aus Q3, Q4

Handbuch ZEISS Rasterelektronenmikroskop SUPRA, S. 54 - 55

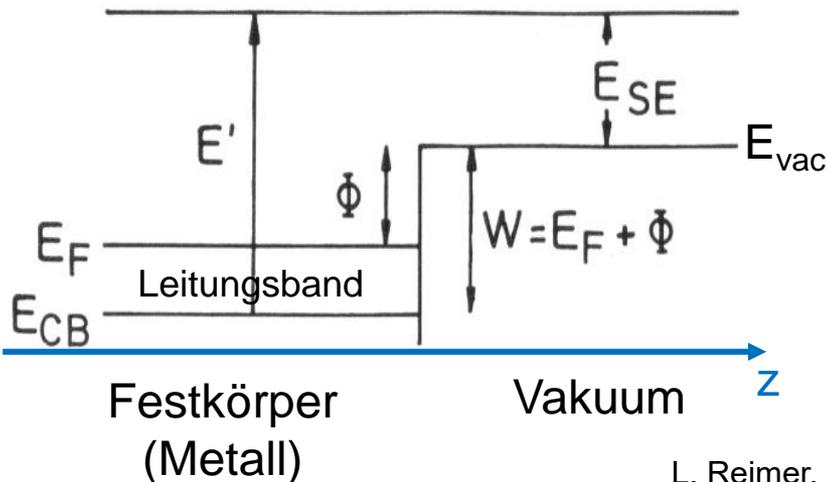
# 1.4 Abbildungsmodi

## Abbildung der Oberflächentopographie mit Sekundärelektronen

Wichtigster Abbildungsmodus im Rasterelektronenmikroskop  
SE mit Energien  $< 50$  eV

Effekte bei der Entstehung und Emission von SE:

1. Erzeugung von SE durch Elektron-Elektron Streuprozesse
2. Kleine Austrittstiefe
3. Diffusion von SE (elastische und inelastische Streuprozesse)
4. Austritt aus der Probe bestimmt durch materialspezifische Austrittsarbeit  $\Phi$
5. Oberflächenkontamination (Kohlenstoffabscheidung aus Restgas oder Absorbaten auf der Probe)



**Fig. 4.19.** (a) Energy barrier for SE at the metal-vacuum interface ( $E_F$  = Fermi energy,  $E_{CB}$  = bottom of conduction band,  $\Phi$  = work function).

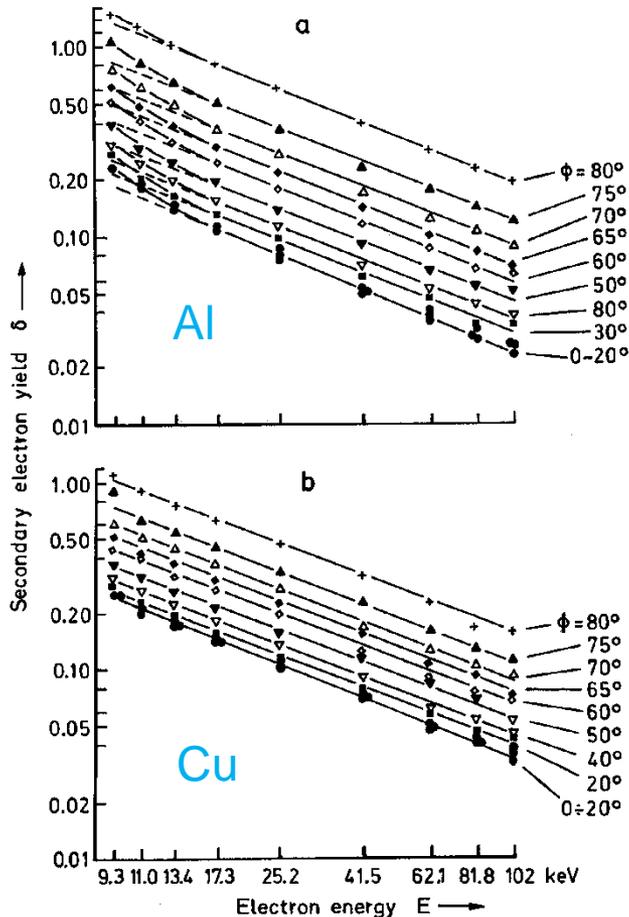
Bedingung für SE Erzeugung

$$E_{SE} = E' - W > 0$$

L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.4.19

# 1.4 Abbildungsmodi

## Sekundärelektronenausbeute in Abhängigkeit vom Primärelektroneneinflallsrichtung und der Elektronenenergie, Materialabhängigkeit



SE Ausbeute  
 $\delta$  = Anzahl der SE  
 pro Primärelektron

- Zunahme der SE Ausbeute mit dem Einfallswinkel  $\Phi$  → Abbildung der Oberflächentopographie
- SE Ausbeute nur schwach vom Material abhängig
- Abnahme der SE Ausbeute mit zunehmender Energie der Primärelektronen  $E_0$

Fit der experimentellen Daten durch:

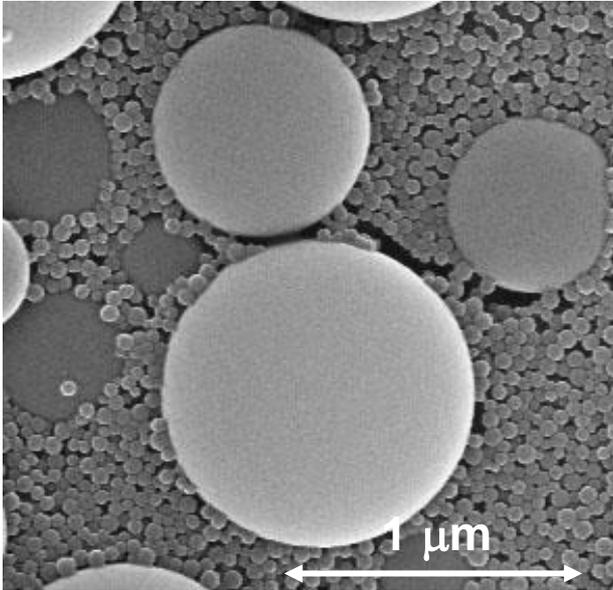
$$\delta \propto E_0^{-0.8}$$

Fig. 4.17 a, b. Decrease of the secondary electron yield  $\delta$  with increasing electron energy  $E$  for (a) Al and (b) Cu and different tilt angles  $\phi$  ( $\phi = 0$ : normal incidence) in a double-logarithmic plot which confirms the relation  $\delta \propto E^{-0.8}$  [4.1]

L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.4.17

# Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

## Abbildung mit Sekundärelektronen: Zunahme der SE Ausbeute mit $\Phi$



Volker Zibat (LEM)

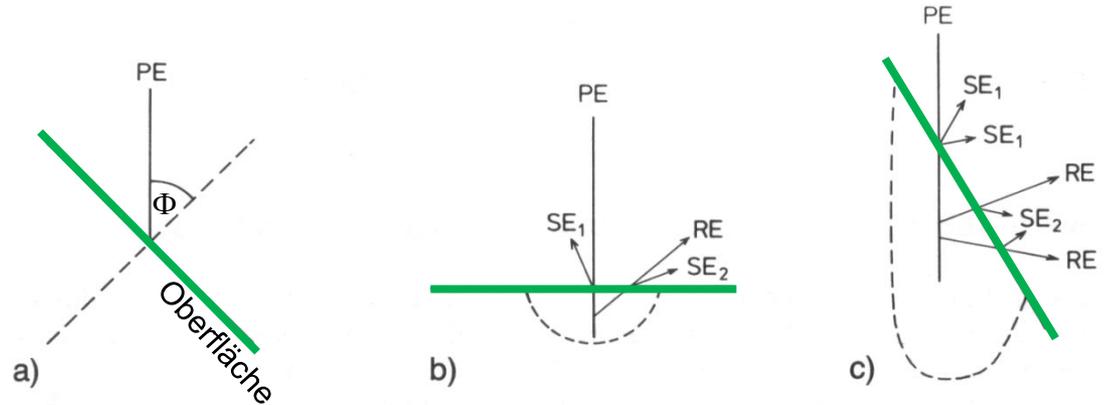
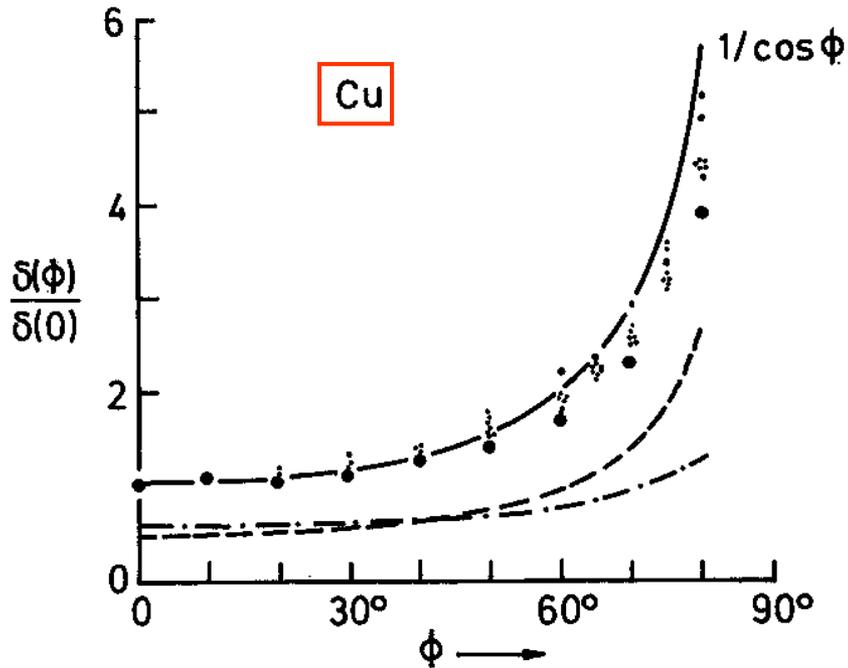


Bild 5.18: SE-Ausbeute in Abhängigkeit von der Flächenneigung  
P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“

- a)  $\Phi$ : Einfallswinkel des Primärelektronenstrahls
- b) Bei senkrechtem Einfall  $\Phi = 0^\circ$
- c) Bei Schrägeinfall

# Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

## Abbildung mit Sekundärelektronen: Abhängigkeit der SE Ausbeute von $\Phi$



L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.4.18

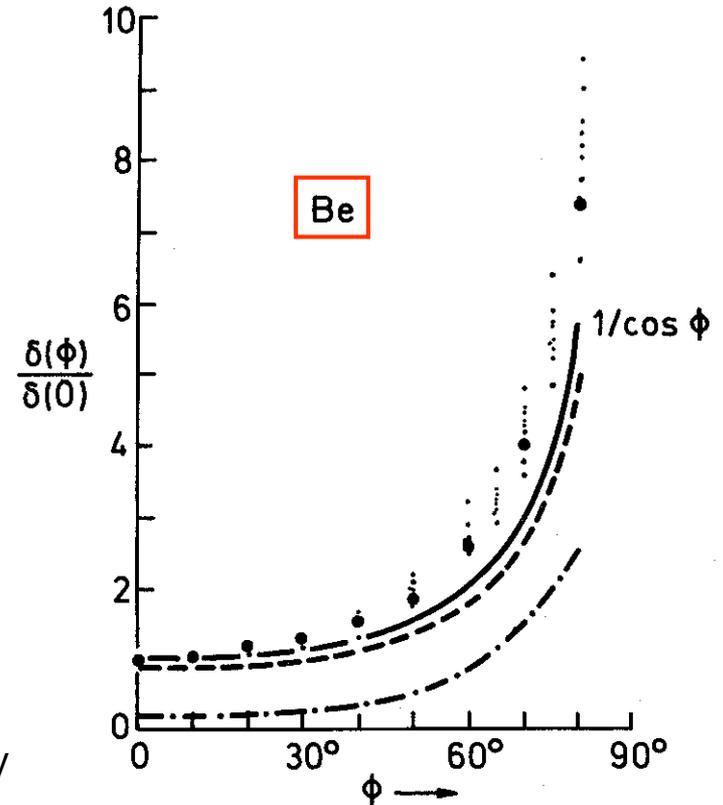
kleine Punkte: Messungen für  $E_0$  zwischen 10 keV und 100 keV

große Punkte: Monte-Carlo (MC) Simulationen

———— :  $1/\cos \Phi$

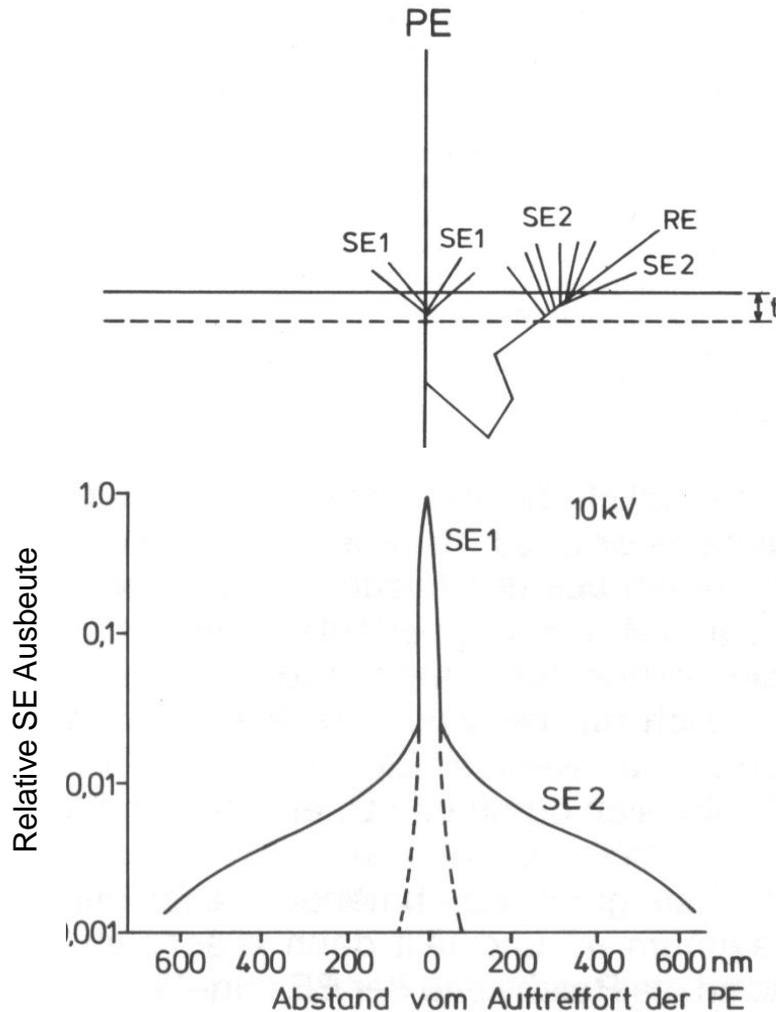
----- : Beitrag der Primärelektronen (SE1) zur SE Ausbeute (MC Simulationen)

- . - . - . : Beitrag der RE (SE2) zur SE Ausbeute (MC Simulationen)



# 1.4 Abbildungsmodi

## Abbildung mit Sekundärelektronen: Beitrag der SE2



$$\delta = \delta_{SE1} + \delta_{SE2}$$

- $\delta_{SE1}/\delta_{SE2}$  abhängig vom Material, vom Einstrahlwinkel  $\Phi$  (und der Primärelektronenenergie)
- Anzahl der SE2 pro Rückstreuelektron kann größer sein (schräge Trajektorie) als die Anzahl der SE1 pro Primärelektron

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb.5.14

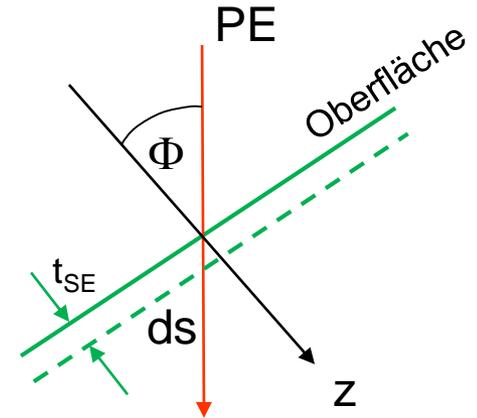
# Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

## Vereinfachte Beschreibung der SE-Emission

$$\delta \propto E_0^{-1} \ln\left(\frac{E_0}{J}\right) \frac{1}{\cos \Phi} \int_0^{\infty} \exp\left(-\frac{z}{t_{SE}}\right) dz$$

$\approx E_0^{-0.8}$

SE-Erzeugung proportional zu  $S = \left| \frac{dE_m}{dz} \right|$  (Bethe)



S: mittlerer Energieverlust der Primärelektronen pro Strecke dz

J: mittlere Ionisierungsenergie

$E_0$ : Primärelektronenenergie

SE-Erzeugung proportional zum Weg eines PE in Abhängigkeit von  $\Phi$ :  $ds = \frac{1}{\cos \Phi} dz$

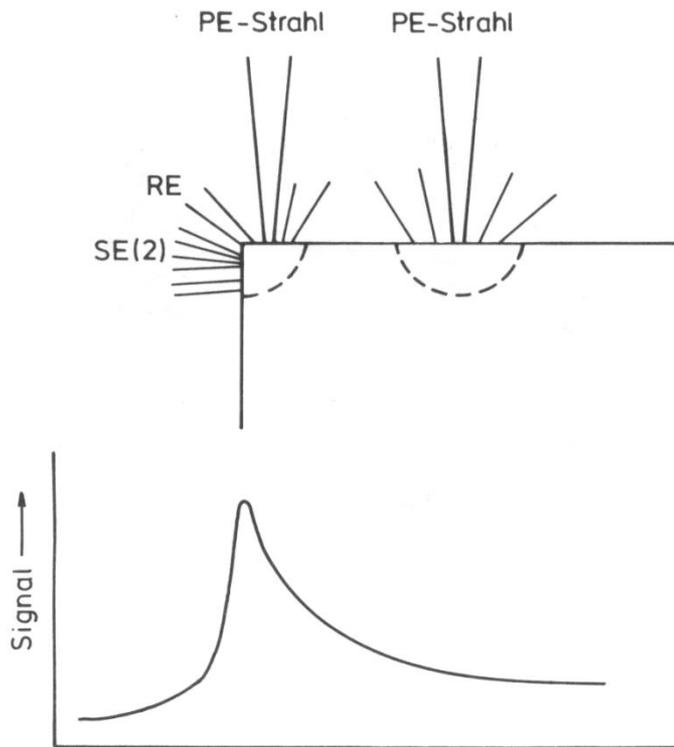
Austrittswahrscheinlichkeit bei SE-Erzeugung in Abstand z von der Oberfläche:

$$p(z) = p(z=0) \exp\left(-\frac{z}{t_{SE}}\right) = p_0 \exp\left(-\frac{z}{t_{SE}}\right)$$

$t_{SE}$ : Austrittstiefe (0.5 – 1.5 nm Metalle, ~ 10 nm Kohlenstoff, 10 – 20 nm Isolatoren)

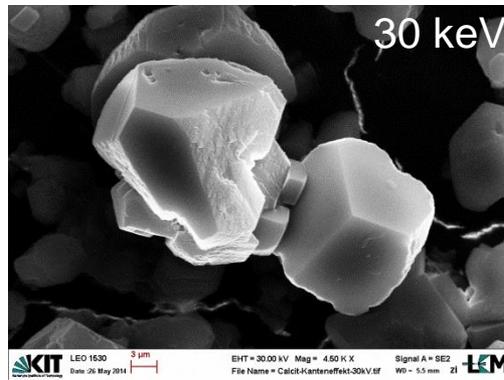
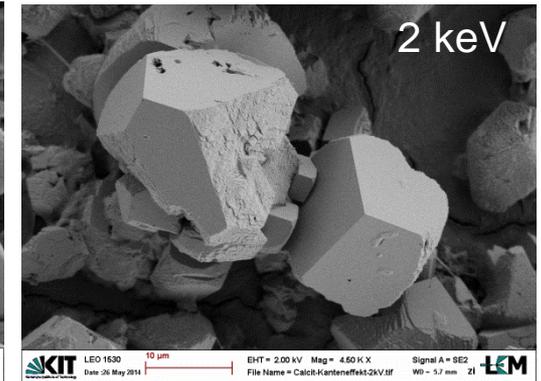
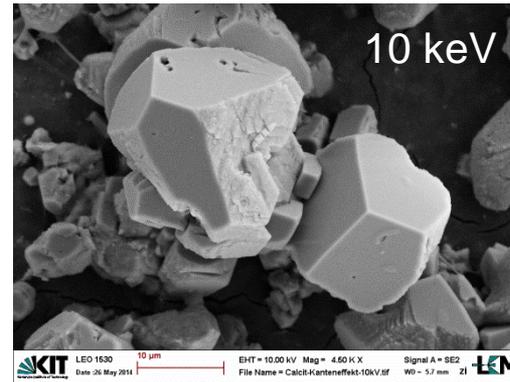
# Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

## Abbildung mit Sekundärelektronen: Kanteneffekt

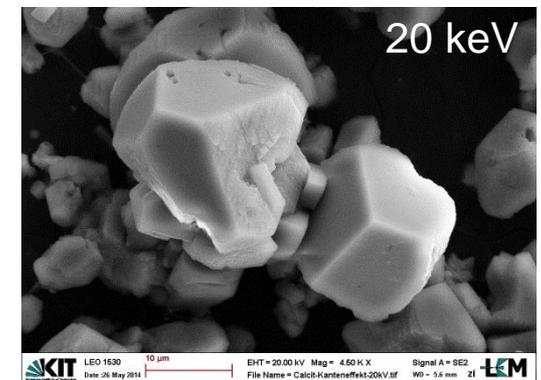


P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb.5.20 und 5.21

SE Abbildungen mit dem Everhardt Thornley Detektor für unterschiedliche Primärelektronenenergien



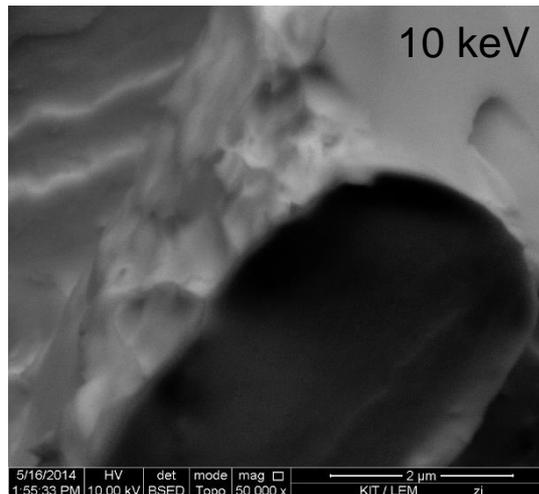
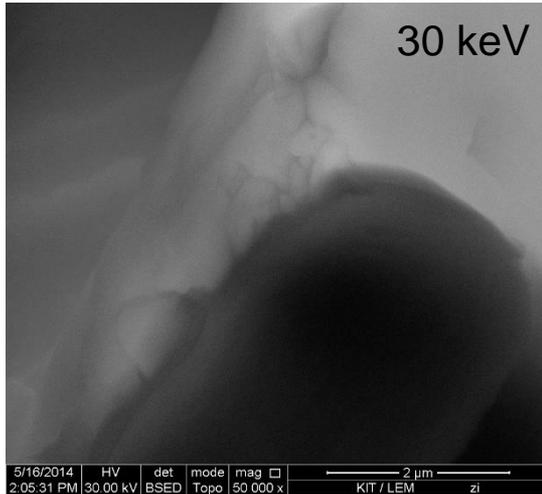
Kontrast und Helligkeit bei 30 keV Bild geändert



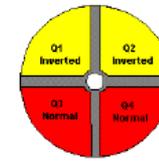
V. Zibat (LEM)

# Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

## Auflösung Topographie Abbildung mit RE und SE an einer Bruchfläche



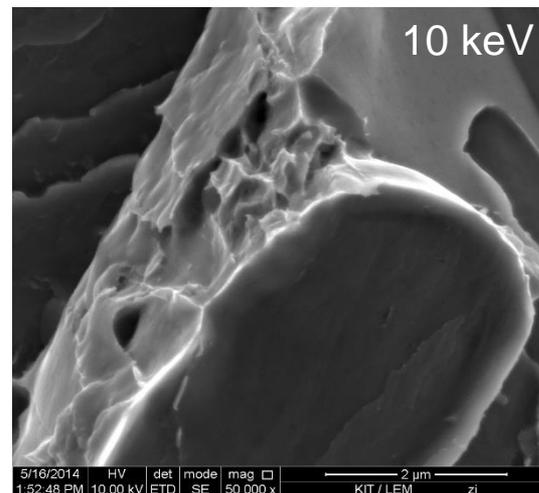
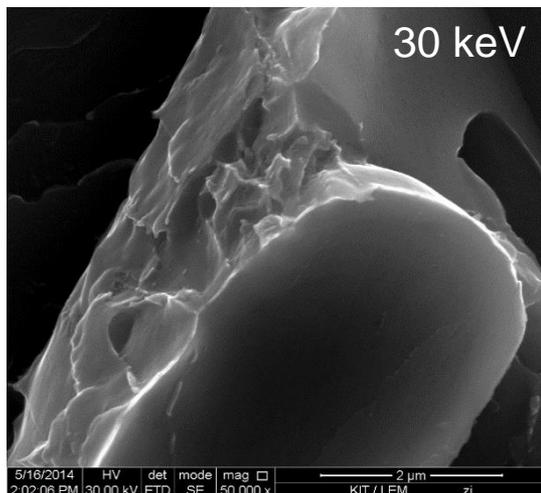
RE Topographie Abbildung mit dem annularen RE Detektor



Topographiekontrast (TOPO)

Topographiekontrast durch Subtraktion des Signals aus den Quadranten Q1, Q2 vom Signal aus Q3, Q4

Bessere Auflösung der 10 keV RE Abbildung



SE Abbildung mit dem Everhardt Thornley Detektor (Kontrast und Helligkeit bei 10 keV und 30 keV nicht identisch)

Generell viel bessere Auflösung der Topographie mit SE

Volker Zibat (LEM)