

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)

Elektronenrückstreubeugung (EBSD: Electron Backscatter Diffraction)

1.5 Environmental Rasterelektronenmikroskopie

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

1.7 Kathodolumineszenz

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

1.9 Elektronenstrahlolithographie

1.4 Abbildungsmodi

Topographie- und Materialkontrast mit dem Everhardt-Thornley Detektor

Effekte:

- *Anzahl der erzeugten SE bzw. RE*

Rückstreukoeffizient η = Anzahl der RE / Primärelektron

abhängig von

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

Sekundärelektronenausbeute δ = 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)

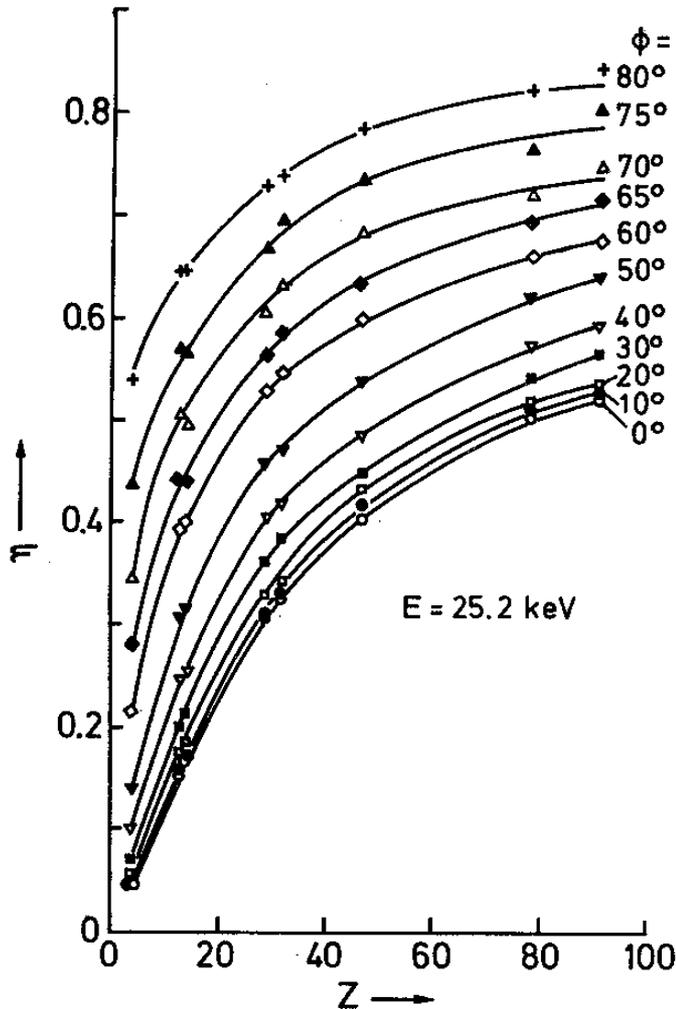


Fig. 4.7. Increase of the backscattering coefficient η of 25.2 keV electrons with increasing atomic number Z for different tilt angles ϕ ($\phi = 0$: normal incidence) [4.1]

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

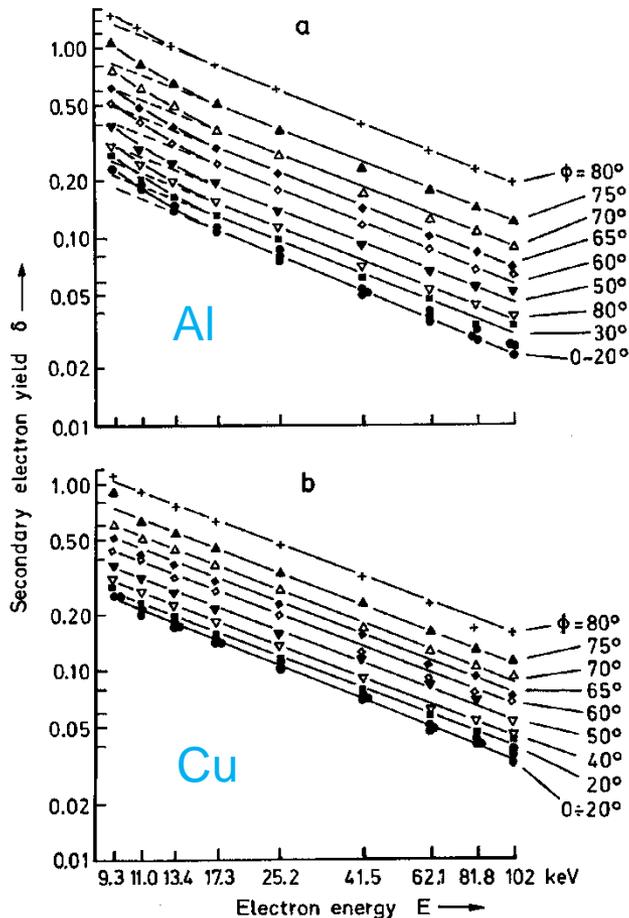
$$\eta(Z, \phi) = (1 + \cos \phi)^{\frac{-9}{\sqrt{Z}}}$$

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

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

1.4 Abbildungsmodi

Sekundärelektronenausbeute in Abhängigkeit vom Primärelektroneneinflussrichtung und der Elektronenenergie, Materialabhängigkeit



SE Ausbeute
 δ = Anzahl der SE
 pro Primärelektron

- Zunahme der SE Ausbeute mit dem Einfallswinkel Φ → 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:

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

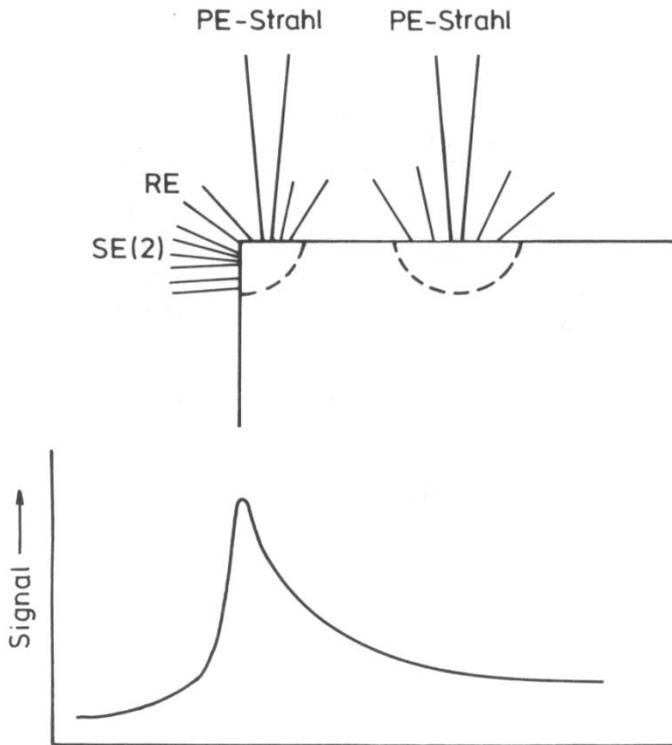
Fig. 4.17 a, b. Decrease of the secondary electron yield δ with increasing electron energy E for (a) Al and (b) Cu and different tilt angles ϕ ($\phi = 0$: normal incidence) in a double-logarithmic plot which confirms the relation $\delta \propto E^{-0.8}$ [4.1]

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

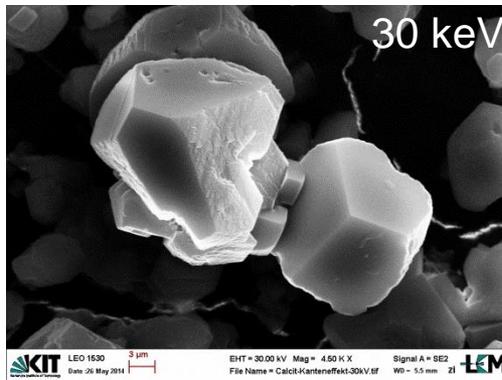
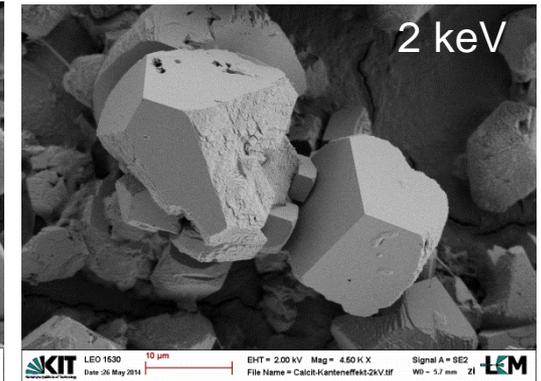
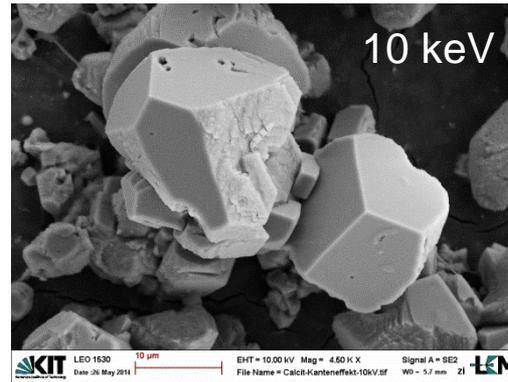
Kapitel 1.4: Abbildungsmodi

Abbildung mit Sekundärelektronen: Kanteneffekt

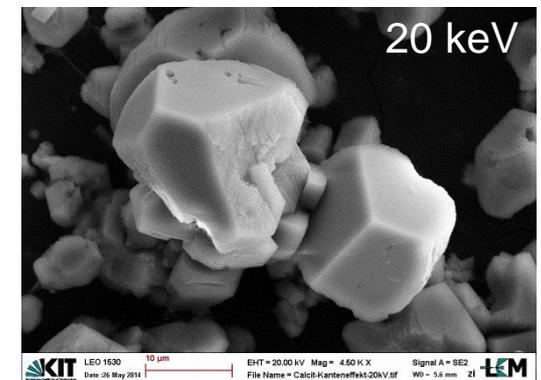
SE Abbildungen mit dem Everhardt Thornley Detektor für unterschiedliche Primärelektronenenergien



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



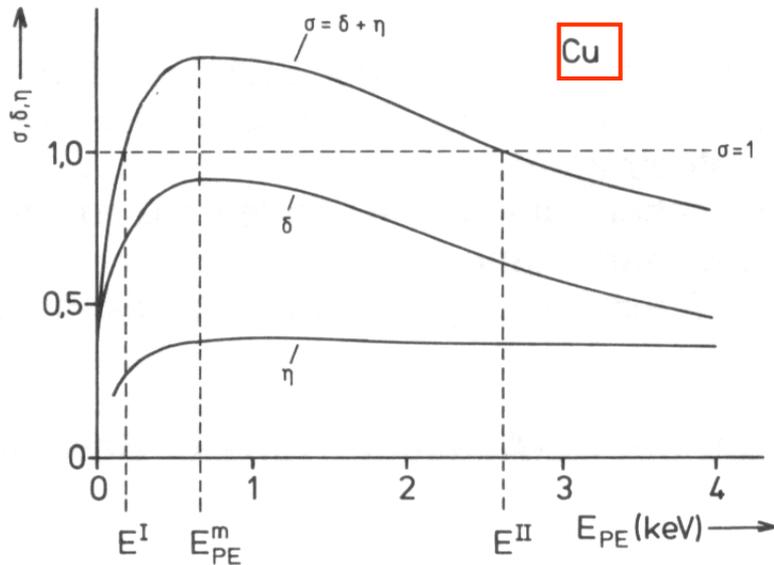
Kontrast und Helligkeit bei 30 keV Bild geändert



V. Zibat (LEM)

1.4 Abbildungsmodi

Gesamtausbeute an RE und SE in Abhängigkeit von E_0



Gesamtelektronenausbeute σ

$$\sigma = \delta + \eta$$

Probenaufladung bei elektrisch
schlecht leitenden Proben, wenn
 $\sigma \neq 1$

Bild 5.15*: SE-Ausbeute δ , Rückstreuoeffizient η und die Gesamtausbeute σ von der Energie der PE, $\sigma = \delta + \eta$, Präparat: polykristalline Cu-Oberfläche

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb.5.15

1.4 Abbildungsmodi

Channeling von Rückstreu- (und Sekundär)elektronen (Orientierungskontrast)

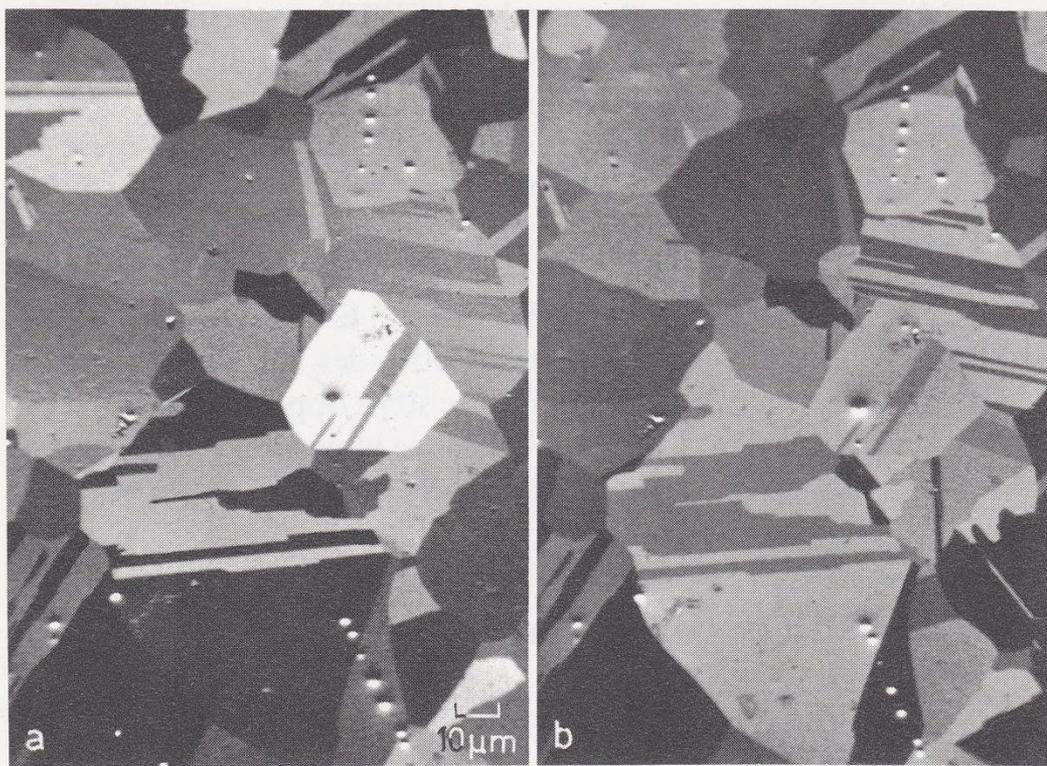


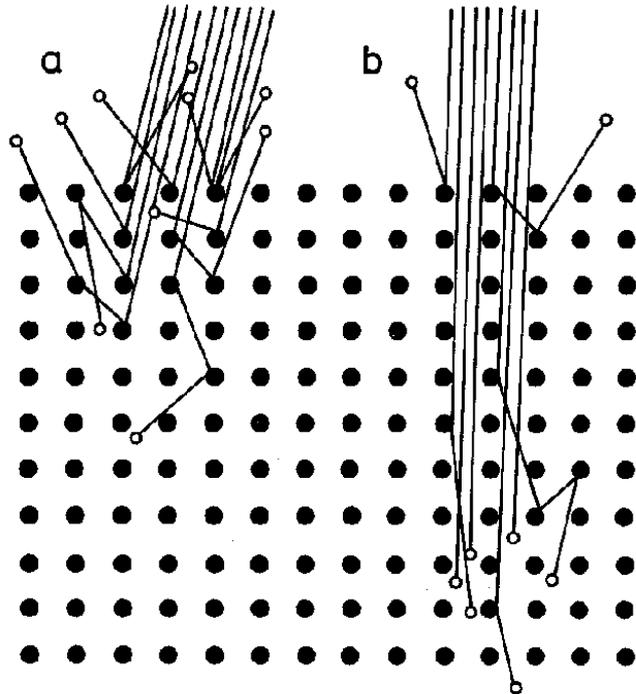
Fig. 6.17 a, b. Crystal orientation contrast in a BSE micrograph of an electrolytically polished, polycrystalline copper specimen. Note the change of contrast of single grains when the specimen is tilted through 1° between (a) and (b) [6.35]

- Abhängigkeit von δ und η vom Winkel zwischen Primärelektronenstrahl und Ebenen des Kristallgitters
→ Abbildung von Körnern eines polykristallinen Materials
→ Abbildung von Gitterdefekten
- Voraussetzung ist sehr glatte Oberfläche durch (elektro)chemische Politur
- schwacher Effekt im Vergleich zu Topographie- und Materialkontrast

L. Reimer, „Scanning electron microscopy“, Abb.6.17

1.4 Abbildungsmodi

Channeling von Rückstreuelektronen (Orientierungskontrast)



Experimentelle Voraussetzungen:

- chemisch polierte, sehr glatte Oberfläche (SE Channeling: saubere, strukturell nicht gestörte Oberfläche)
- hoher Strahlstrom für akzeptables Signal/Rausch-Verhältnis
- kleiner Strahlkonvergenzwinkel

Einfache qualitative Erklärung:

geringe Rückstreuung, wenn PE parallel zu Kristallebenen mit (großem) Ebenen-Abstand propagieren

P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb.5.32 und 5.33

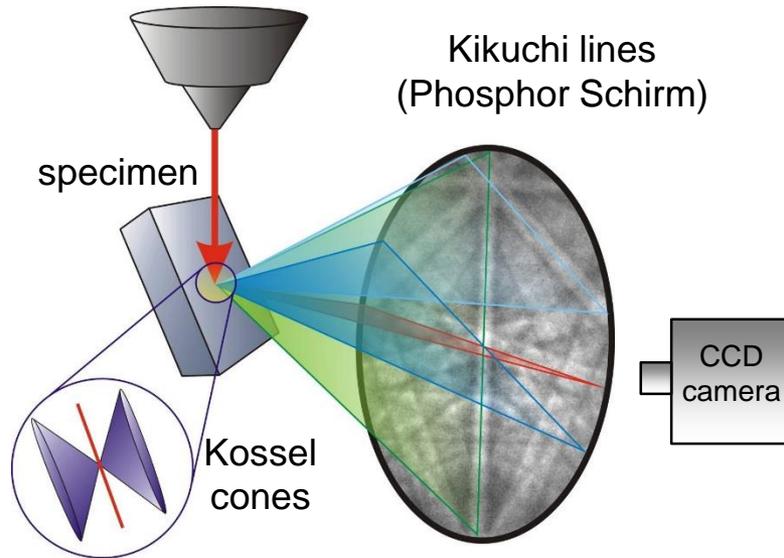
1.4 Abbildungsmodi

Elektronenrückstreubeugung (Electron Backscatter Diffraction: EBSD)

→ Beugungstechnik (!)

Analyse von

- Kristallstruktur, Phasenanalyse in Kombination mit chemischer Analyse (EDXS)
- Kornorientierungen bei bekannter Kristallstruktur (Texturanalyse)
- Korngrenzenkristallographie



Stationärer Elektronenstrahl!



P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, Electron Microscopy and Analysis, Abb.5.23

- Data analysis and presentation
- Index pattern
- Background subtract
- Frame average

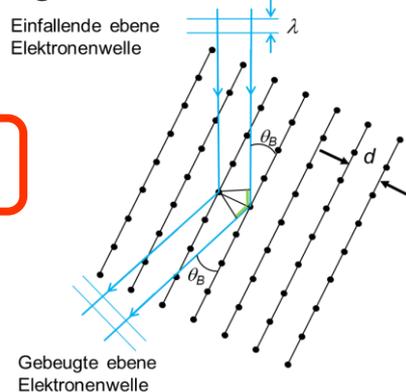
Erste Veröffentlichung: D.J. Dingley, V. Randle, J. Mat. Sci. 27, 4545 (1992)

Kikuchi-Linien

Zweistufiger Entstehungsmechanismus

- Inelastischer Streuprozess mit geringem Energieverlust
 ⇒ *Aufweitung des Elektronenstrahl*

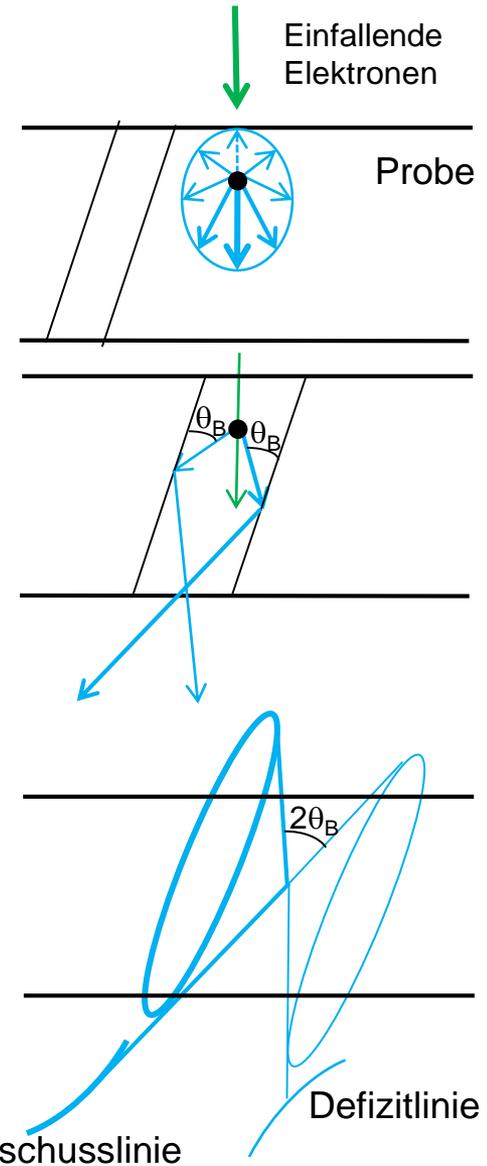
- Einige der gestreuten Elektronen **erfüllen die Bragg Bedingung** (zwei Richtungen möglich). Intensität der Bragg-gebeugten Elektronen ist unterschiedlich, d.h. abhängig vom Winkel zur Richtung der einfallenden Elektronenwelle



$$n\lambda = 2d \sin \theta_B$$

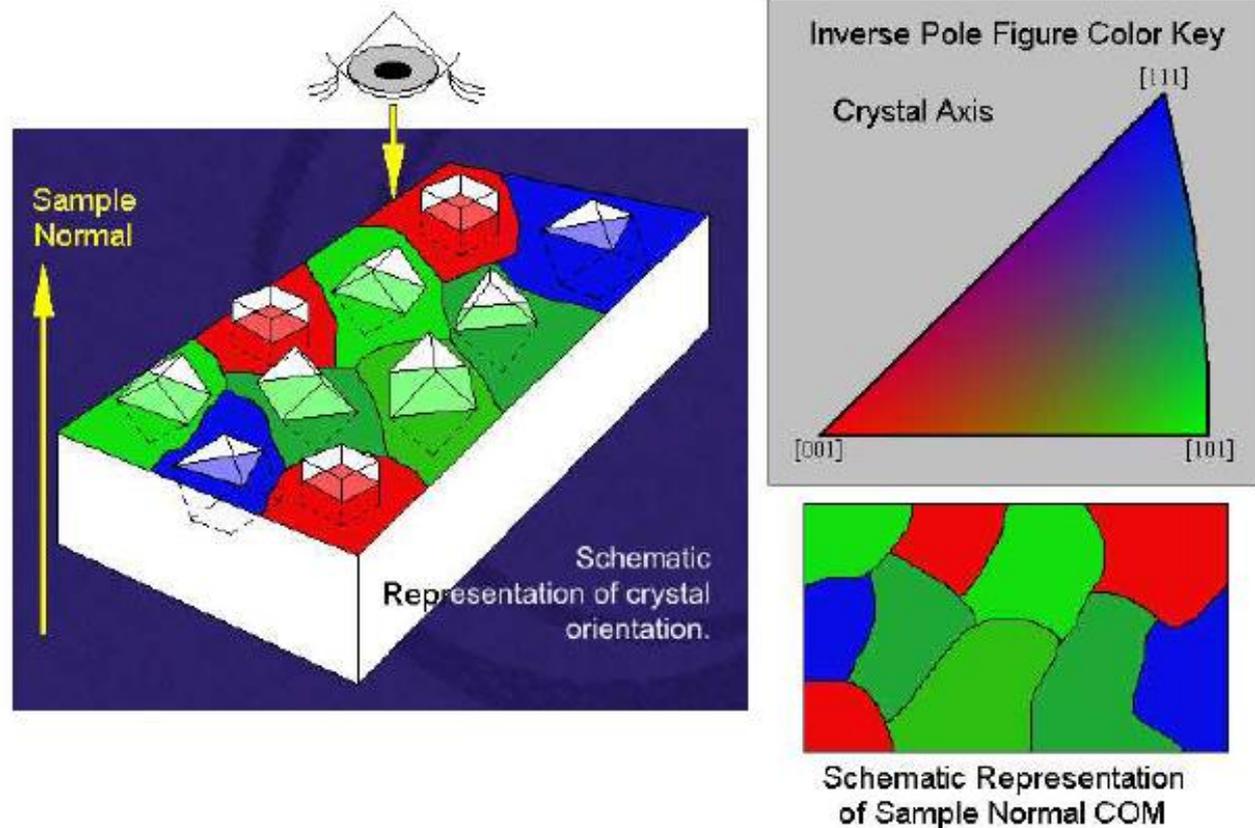
Bragg Bedingung

- In 3 Dimensionen: Bragg-gebeugte Elektronen auf Kegelflächen, die die Beugungsebene in Hyperbeln schneiden (näherungsweise Geraden wegen kleiner Bragg Winkel)



1.4 Abbildungsmodi

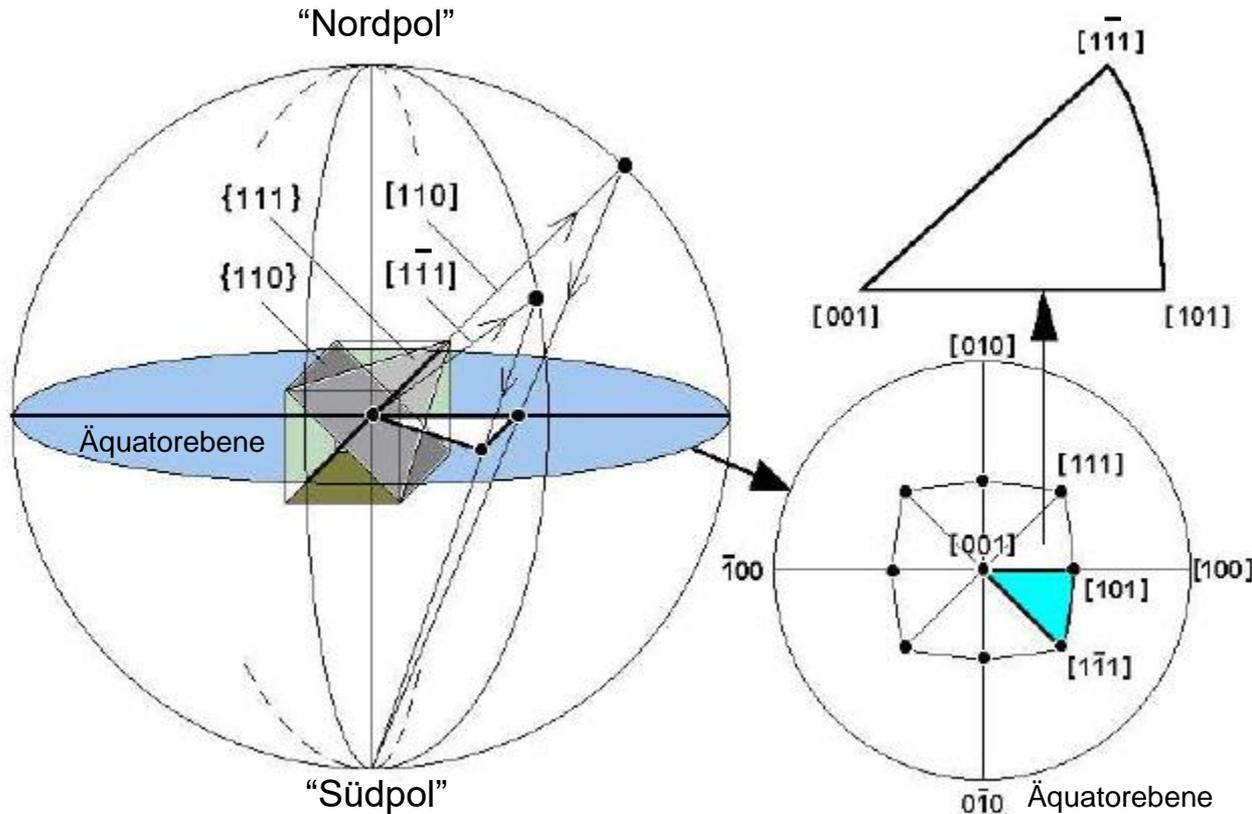
Texturanalyse mit EBSD



1. Orientierungsbestimmung von (vielen) Körnern
2. Kornorientierungsverteilungen (Auftragung in Polfigur)
3. Textur: bevorzugte Ausrichtung von Körnern in einer kristallographischen Richtung

1.4 Abbildungsmodi

Stereographische Projektion und Polfigur zur Darstellung von Kristallorientierungen

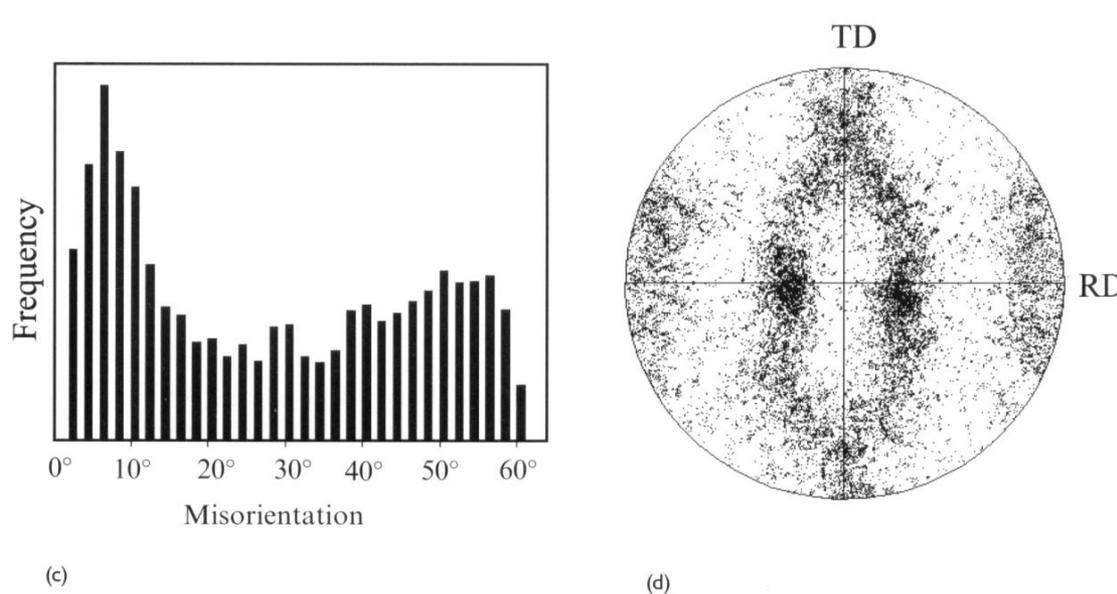


- Durchstoßpunkte der Ebenennormalen des Kristalls mit umgebender Kugel
- Für Durchstoßpunkte auf der Nordhalbkugel: Verbindung der Durchstoßpunkte mit „Südpol“ der Kugel
- Standarddreieck gegeben durch Durchstoßpunkte der Richtungen $[001]$, $[101]$ und $[111]$ in der Äquatorebene Ebene (blau)

Projektion von Richtungen im 3-dimensionalen Raum auf 2 Dimensionen am Beispiel eines kubischen Kristalls

1.4 Abbildungsmodi

Charakterisierung von Korngrenzen



P.J. Goodhew, J. Humphreys, R. Beanland, Electron Microscopy and Analysis, Abb.5.24 c,d

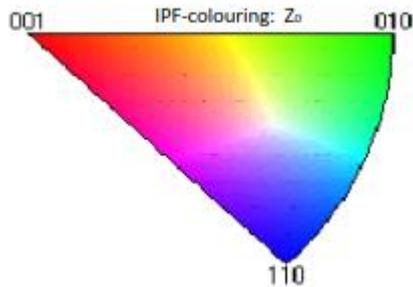
- Bestimmung der Kornorientierungen mit EBSD
- Polfiguren: Darstellung der Häufigkeit von Kornorientierungen in stereographischer Projektion
- Darstellung der Häufigkeit von Winkeln zwischen benachbarten Körnern (Unterscheidung zwischen Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenzen)

1.4 Abbildungsmodi

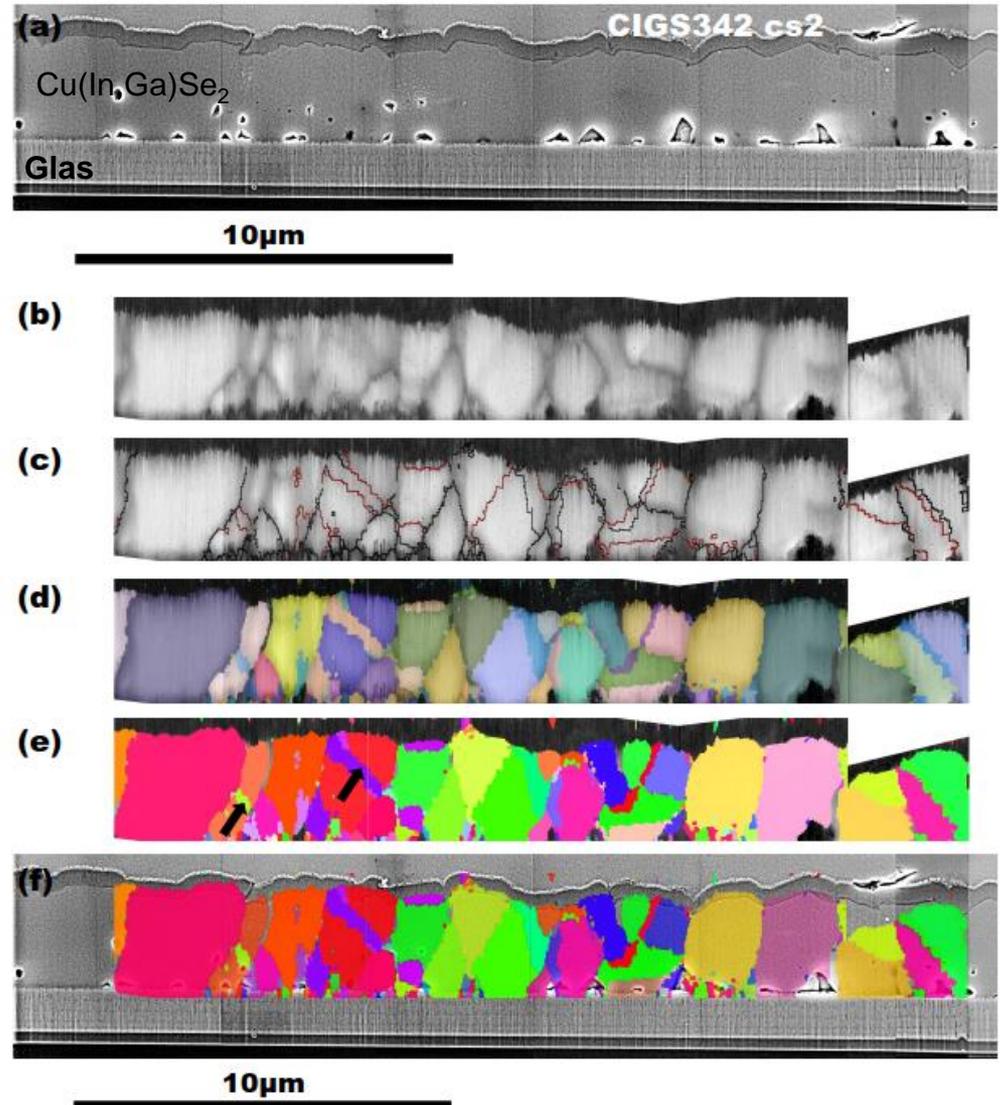
EBSD

Kornorientierungen in einer Absorberschicht einer Cu(In,Ga)Se₂ Solarzelle

(b,c) Darstellung des Signal-zu-Rauschverhältnisses der EBSD Muster zur Visualisierung von Korngrenzen



Lukas Pfaffmann, Diplomarbeit 2013 (LEM)



1.4 Abbildungsmodi

EBSD

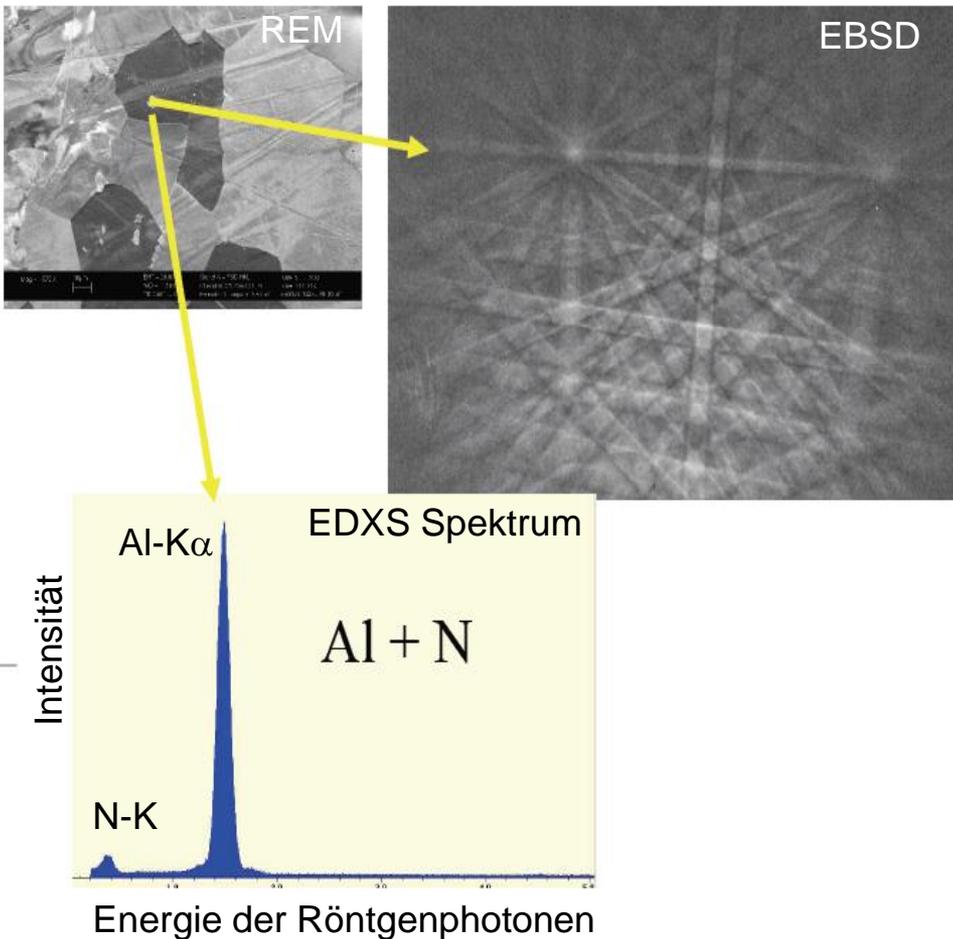
Phasenanalyse mit Kristallstrukturbestimmung durch EBSD und Analyse der chemischen Zusammensetzung mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDXS)



1. Positionierung des Elektronenstrahls

1.4 Abbildungsmodi

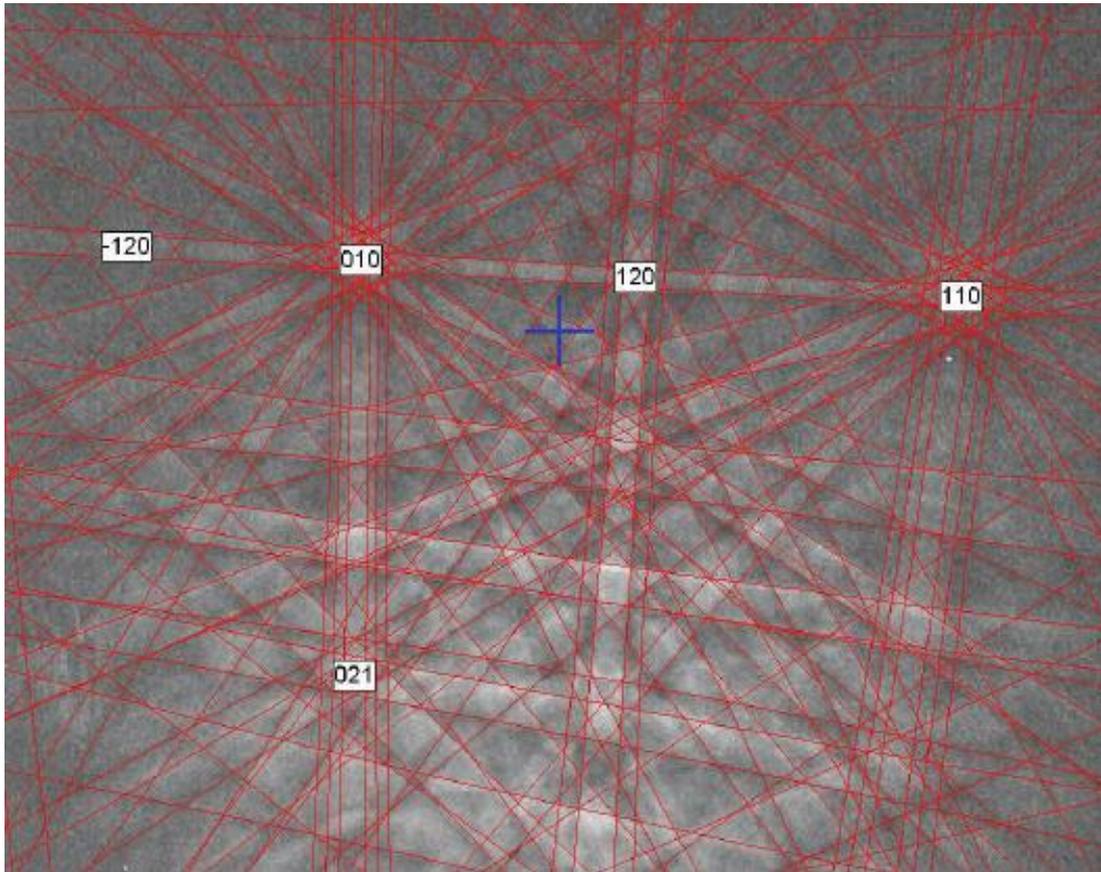
Phasenanalyse mit Kristallstrukturbestimmung durch EBSD und Analyse der chemischen Zusammensetzung mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDXS)



1. Positionierung des Elektronenstrahls
2. EBSD und EDXS-Spektrum an gleicher Probenposition
3. Quantitative Auswertung des EDXS Spektrums ($\text{Al}_{0.5}\text{N}_{0.5}$)

1.4 Abbildungsmodi

Kristallstrukturanalyse mit EBSD



*AlN, Hexagonal, SG 186,
(NIST Structural Database)*

4. Quantitative Auswertung
des EBSD-Musters:
hexagonale Wurtzitstruktur

Ergebnis:
Korn aus AlN mit hexagonaler
Wurtzitstruktur