

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

3D Materials & Applications



Date: August 27th until September 1st, 2023

Location: Schwarzwald hotel "Zuflucht"

What you'll get:

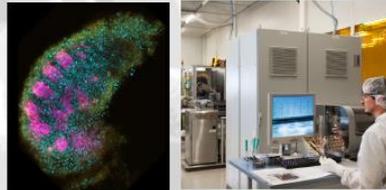
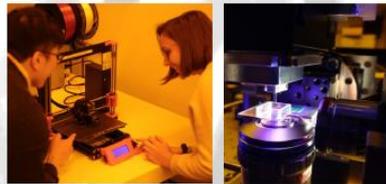
- Attend lectures and workshops led by leading researchers in the fields of 3D materials and applications
- Engage in stimulating discussions with other students and professors on a wide range of topics
- Enjoy an all-expense paid stay at the beautiful Schwarzwald hotel "Zuflucht"

Application Requirements:

- A letter of motivation explaining why you're interested in attending the academy (1 page)
- Your CV and transcript of records
- A letter of recommendation from your supervisors (optional)

Apply now at [website URL]

Don't miss this incredible opportunity to advance your knowledge and skills in 3D materials and applications. Apply now and secure your spot in our summer academy!



In cooperation with the Cluster of Excellence 3D Matter Made to Order, the Karlsruhe Institute of Technology, and Heidelberg University.

Follow us on social media for updates @HeiKa_SAcademy



APPLY NOW!



HEiKA Summer Science Academy 2023

On 3D Materials and Applications

27.08.2023 - 01.09.2023

Schwarzwald Hotel "Zuflucht"

<https://event.fourwaves.com/heika-ssa/pages>

Schedule August 27th – September 1st 2023

HeiKa Summer Academy on 3D Materials and Applications

Sunday, August 27 th	Monday, August 28 th	Tuesday, August 29 th	Wednesday, August 30 th	Thursday, August 31 st	Friday, September 1 st
	Breakfast 7:30 – 9:00	Breakfast 7:30 – 9:00	Breakfast 7:30 – 9:00	Breakfast 7:30 – 9:00	Breakfast 7:30 – 9:00
	Workshops 9:00 – 13:00	Workshops 9:00 – 13:00	Hike to Nationalpark Schwarzwald Besucherzentrum 9:30 – 12:30	Workshops 9:00 – 13:00	Workshops 1 & 2 Result Presentation 9:00 – 10:45
			Visit of the Schwarzwald National Park Museum in Ruhestein 12:30 – 15:30		Coffee Break 10:45 – 11:15
Travel to Hotel Zuflucht Check the provided documents for travel information	Lunch 13:00 – 14:00	Lunch 13:00 – 14:00		Lunch 13:00 – 14:00	Workshops 3 & 4 Result Presentation 11:15 – 13:00
Welcome to HeiKa Summer Science Academy 2023 18:00 – 16:30	Free Time 14:00 – 18:00	Free Time 14:00 – 18:00	Hike back / travel by bus 15:30 – 18:00	Free Time 14:00 – 18:00	Final Wrap-Up 14:15 – 15:00
Introductory round 16:30 – 18:00					Travel home Check the provided documents for travel information
Dinner 18:00 – 19:30	Dinner 18:00 – 19:30	Dinner 18:00 – 19:30	Dinner 18:00 – 19:30	Dinner 18:00 – 19:30	
Lecture 1 by 19:30 – 20:30 Topic: tba	Lecture 2 by 19:30 – 20:30 Topic: tba	Lecture 3 by 19:30 – 20:30 Topic: tba	Lecture 4 by 19:30 – 20:30 Topic: tba	Lecture 5 by 19:30 – 20:30 Topic: tba	
Q&A session 20:30 – 21:00	Q&A session 20:30 – 21:00	Q&A session 20:30 – 21:00	Q&A session 20:30 – 21:00	Q&A session 20:30 – 21:00	

If you're looking for more specifics on the schedule, you can find them on the following pages. To learn about your assigned workshop, including its Pls and location, take a look at the "Workshops" document.

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Erforderliche Probeneigenschaften für Rasterelektronenmikroskopie unter Hochvakuumbedingungen:

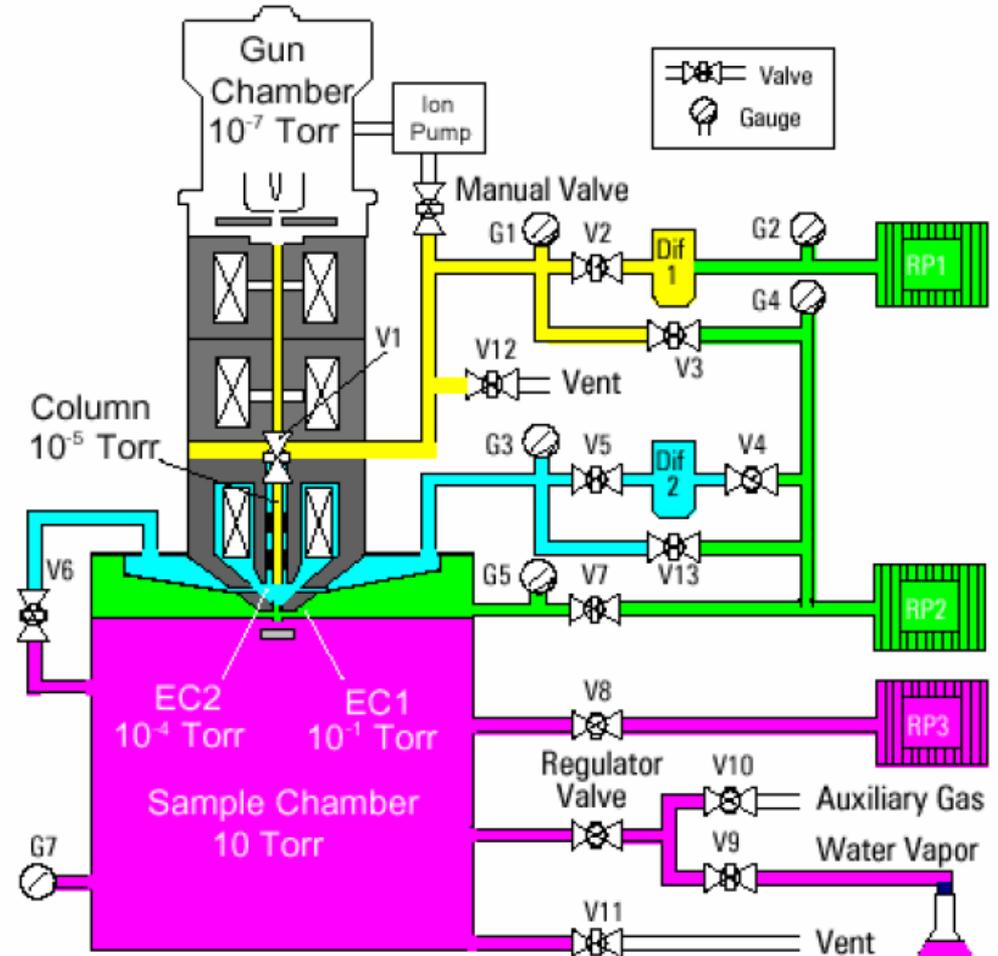
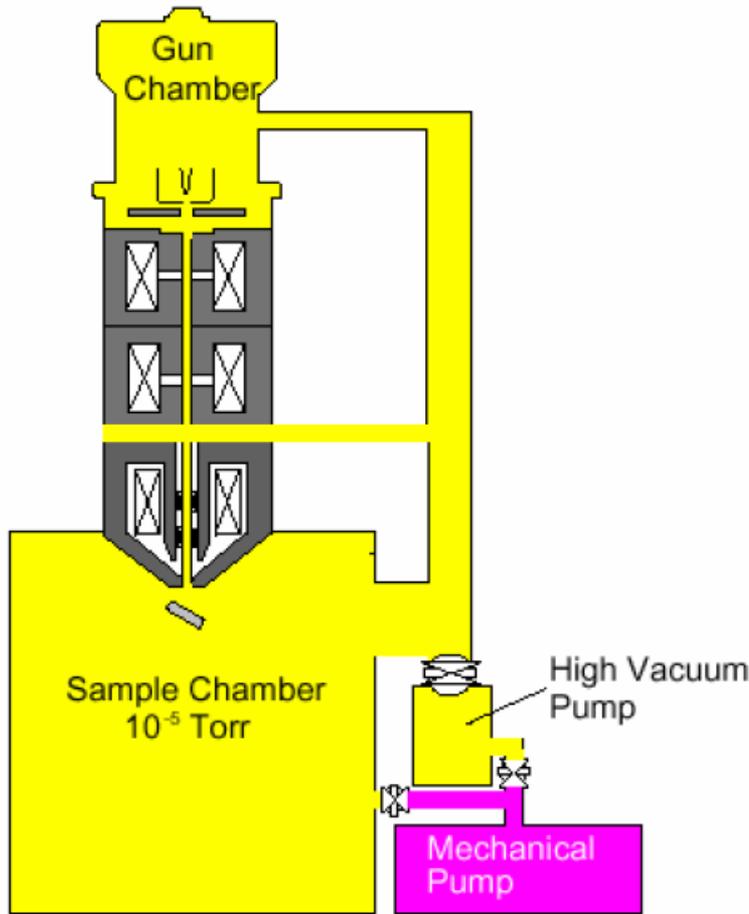
- Keine Veränderung der Probenstruktur unter Hochvakuumbedingungen (dürfen keine Flüssigkeiten enthalten)
- Keine Untersuchung von Proben, die Öl oder andere kontaminierende Flüssigkeiten enthalten → Kontamination des Geräts durch Öl und andere Verunreinigungen
- hinreichende elektrische Leitfähigkeit erfordert, bei schlecht leitenden Proben
 - Bedampfung: Schädigung empfindlicher Proben, Maskierung kleiner Strukturen
 - Anpassung der PE Energie: Gleiche Anzahl von emittierten und injizierten Elektronen

ESEM: Betrieb bei „hohen“ Drücken bis zu 4000 Pa (50 torr)

- Untersuchung von Proben mit hohem Dampfdruck und wasserhaltige “nasse” Proben
- Untersuchung schlecht leitender Proben ohne Bedampfung durch hohe Konzentration positiv geladener Ionen in der Umgebung der Probe
- In-situ Experimente: zum Beispiel
 - Beobachtung von Hydratations- und Kondensationsprozessen
 - Beobachtung von Phasenübergängen durch oxidative/korrosive Atmosphäre in der Mikroskopkammer

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Konventionelles Rasterelektronenmikroskop “Environmental” Rasterelektronenmikroskop

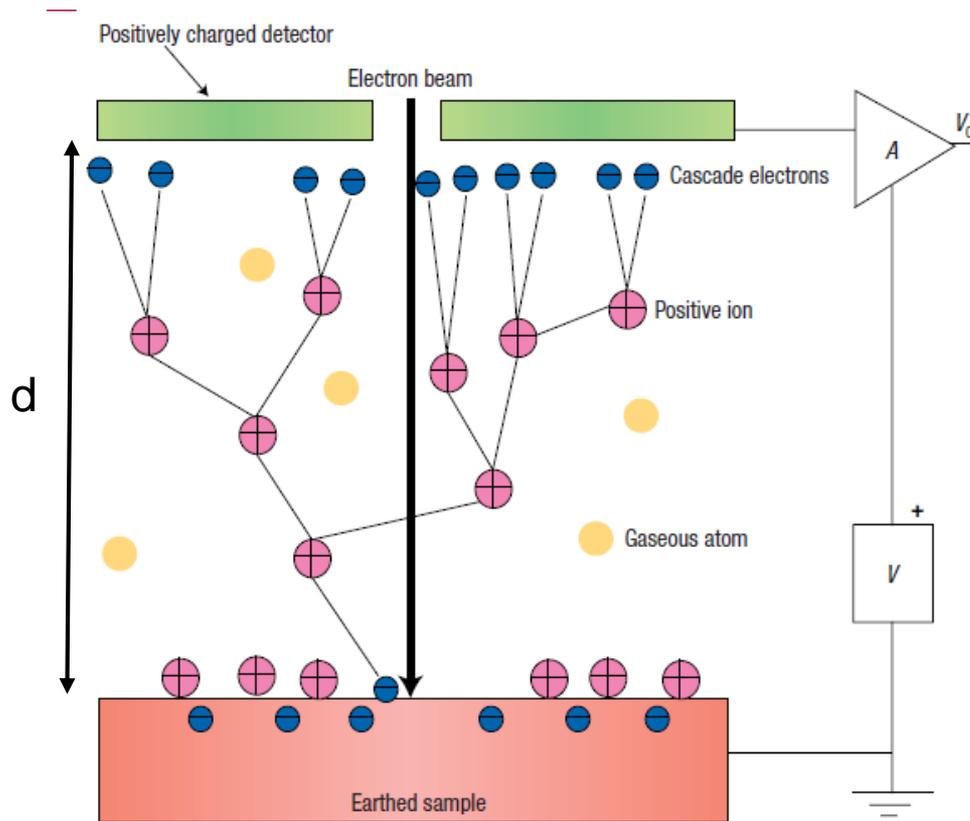


Hoch Vakuum: 10^{-3} bis 10^{-8} mbar

Niederdruck: bis zu 4000 Pa, 40 mbar (50Torr)

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Gas-Sekundärelektronendetektor (GSED Detektor)



Verstärkung

$$g \propto \exp(\alpha d)$$

α : Ionisationskoeffizient
des Gases

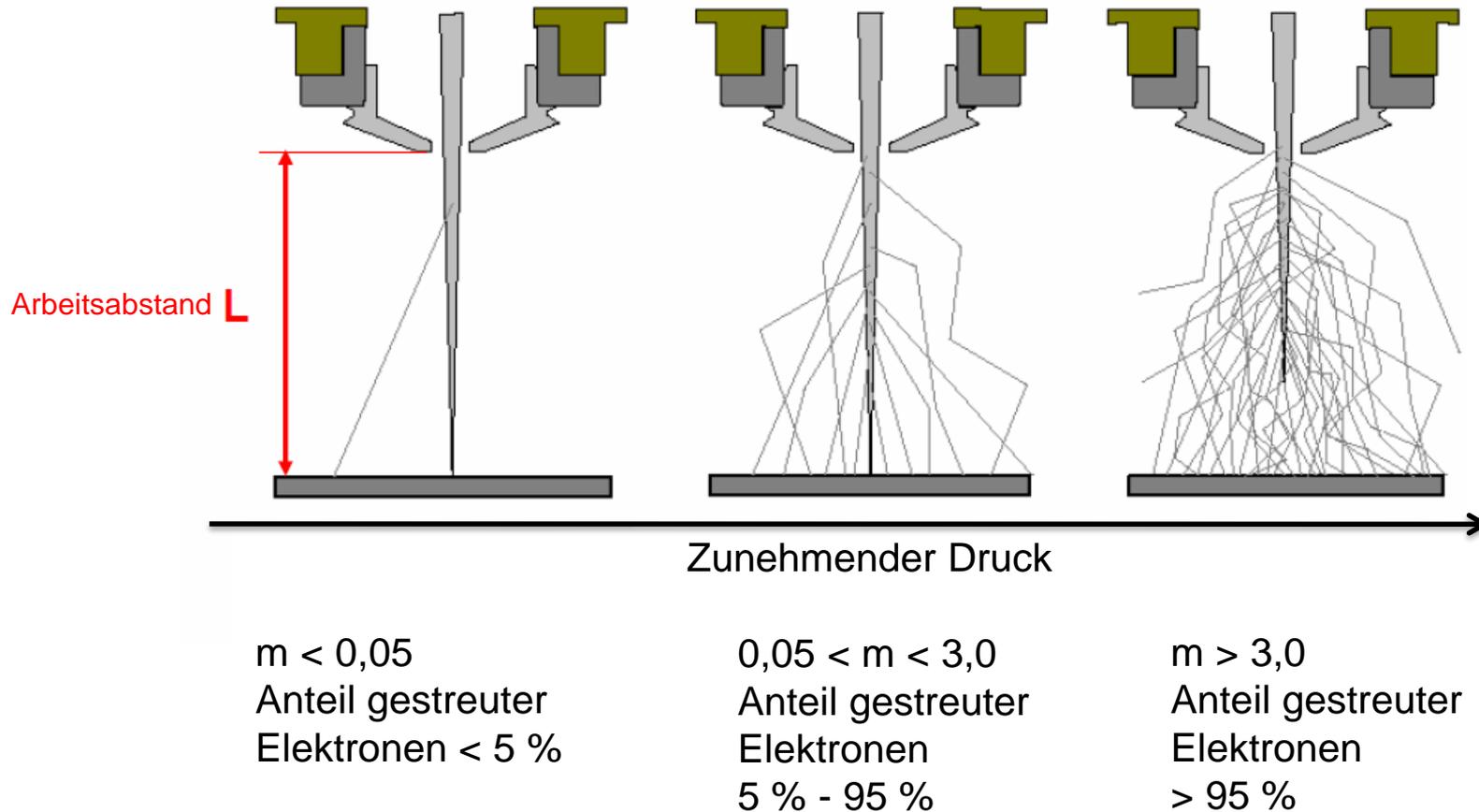
d : Abstand zwischen Probe
und Detektor

Donald, Nat. Mat. 2003

- Verstärkung des SE Signals durch Ionisation von Gasmolekülen (Stoßkaskade)
- Kompensation von negativen Oberflächenladungen nichtleitender Proben durch positiv geladene Ionen

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

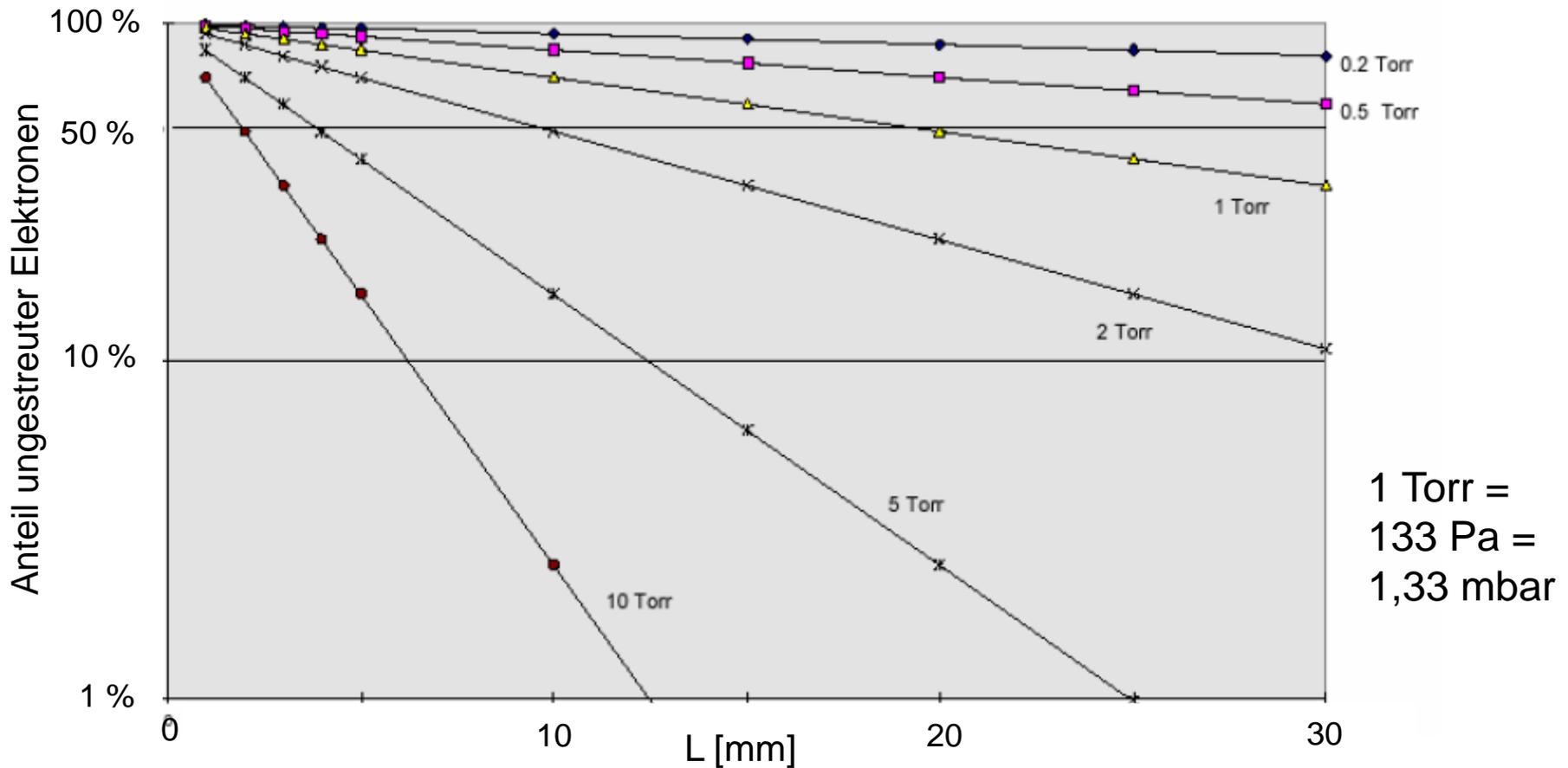
- Niedrige Wahrscheinlichkeit für Streuung zwischen Elektronen und Restgasmolekülen unter Hochvakuumbedingungen
- Elektronenstreuung und Strahldefokussierung nicht vermeidbar im Niedervakuumbereich



$m=L/\text{mittlere freie Weglänge der Gasmoleküle}$

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

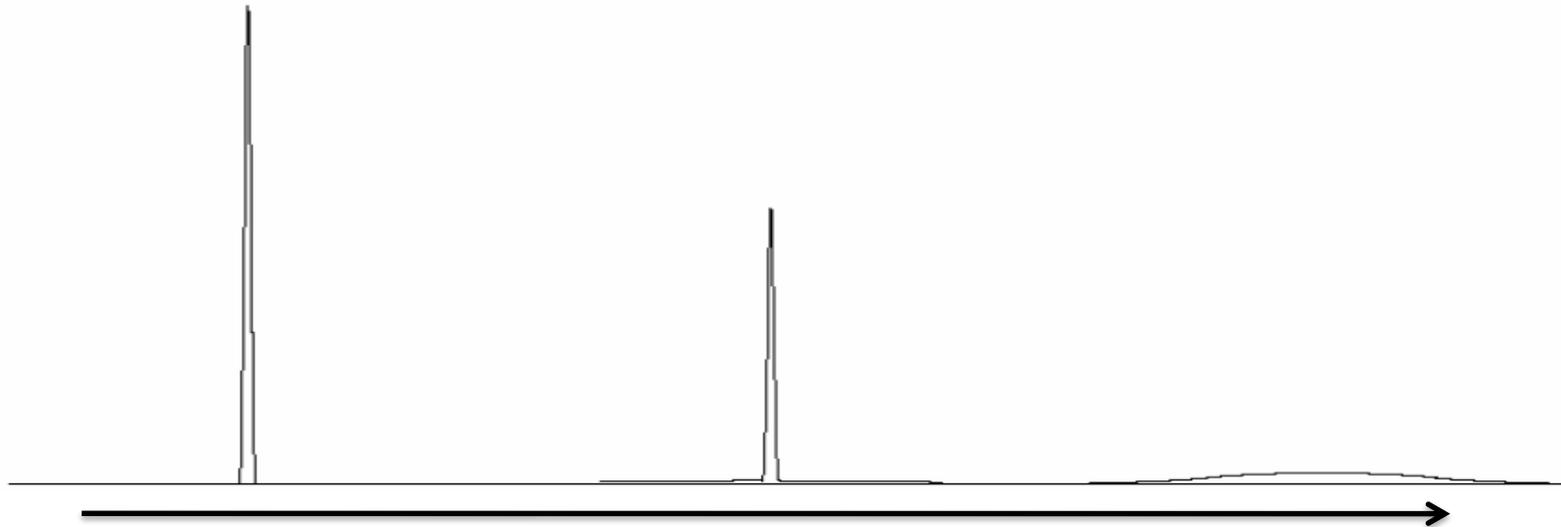
Anteil ungestreuter Elektronen in Abhängigkeit vom Druck und Abstand L zwischen Objektivpolschuh (unterster Blende des differentiellen Pumpsystems) und Probe



→ auch bei 10 Torr bleibt der Anteil ungestreuter Elektronen über 10 % bei $L < 7$ mm

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Auswirkung von Streuprozessen auf die Strahlfokussierung



Strahldurchmesser (schematisch) bei zunehmendem Druck

$m < 0,05$

Minimale Streuung

$0,05 < m < 3,0$

Partielle Streuung

$m > 3,0$

Vollständige Streuung



- Fokussierung des Elektronenstrahls noch hinreichend erhalten
- schlechteres Signal-zu-Rauschverhältnis im Vergleich zu Hochvakuumbetrieb
- hochauflösende Abbildung solange Intensität der ungestreuten Strahlelektronen genügend hoch ist
- Bestmögliche Auflösung: 1,5 nm bei 30 keV im ESEM Betrieb bei 10 torr

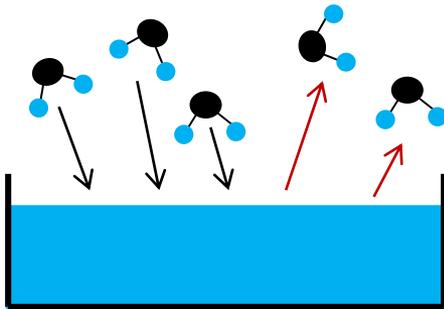
1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Beobachtung von biologischen Proben und anderen nassen Objekten:

- Nasse Proben → H_2O Dampfdruck in der Umgebung der Probe durch Ausgasen
- H_2O Dampfdruck muss durch Druck in der Kammer des Mikroskops kompensiert werden

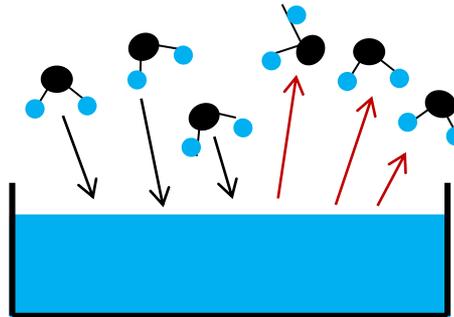
Kondensation von H_2O

$$p_{\text{H}_2\text{O},\text{Kammer}} > p_{\text{H}_2\text{O},\text{specimen}}$$



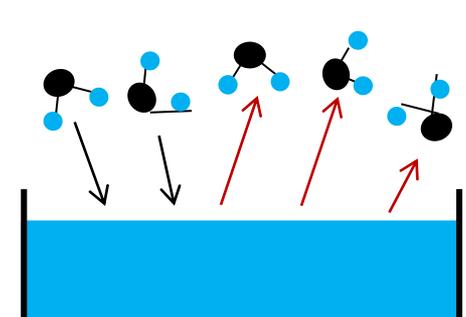
Stabiler Zustand

$$p_{\text{H}_2\text{O},\text{Kammer}} = p_{\text{H}_2\text{O},\text{specimen}}$$



Verdampfen von H_2O

$$p_{\text{H}_2\text{O},\text{Kammer}} < p_{\text{H}_2\text{O},\text{specimen}}$$

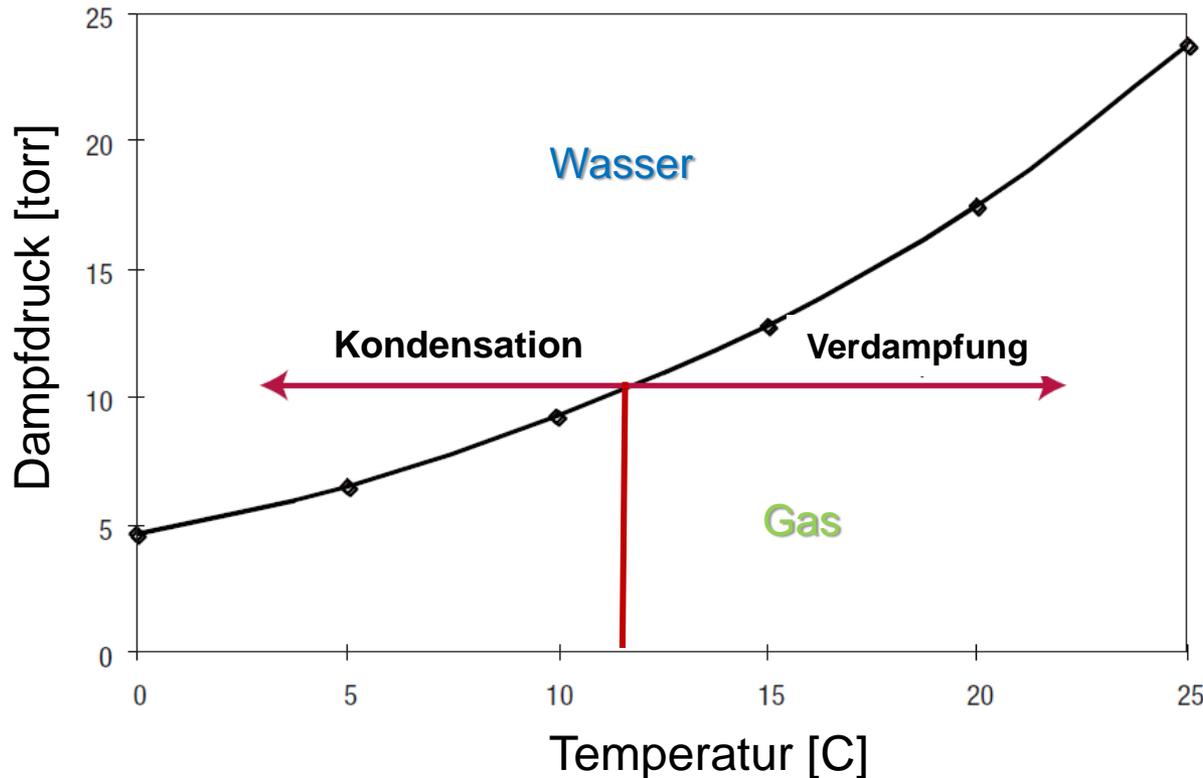


$p_{\text{H}_2\text{O},\text{Probe}}$: H_2O Dampfdruck der Probe

$p_{\text{H}_2\text{O}}$: H_2O Dampfdruck in der Mikroskopkammer

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Phasendiagramm von Wasser: Bedingungen für GG in der Kammer

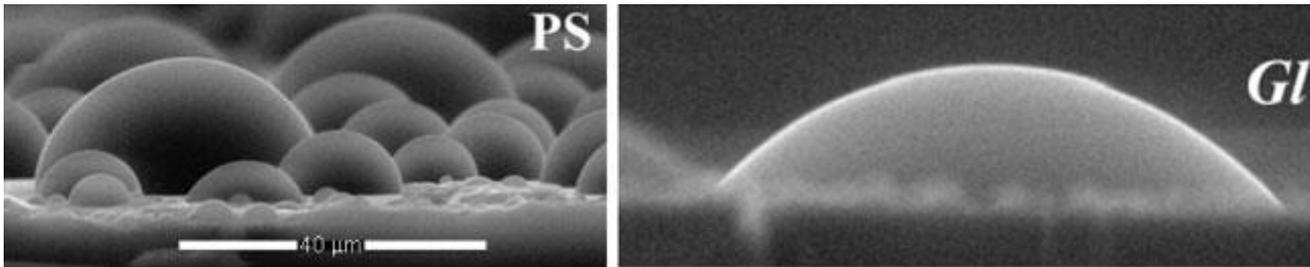


Donald, Nat. Mat. 2003

- Gleichgewichtseinstellung (GG) von Kammerdruck/Dampfdampfdruck der Flüssigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur ($> 0\text{ °C}$)
- Probenkühlung häufig auf 5 °C mit Sättigungsdampfdruck von Wasser ca. 6 torr
- Beobachtung von Kondensation und Verdampfung durch Über- und Unterschreiten des Taupunktes

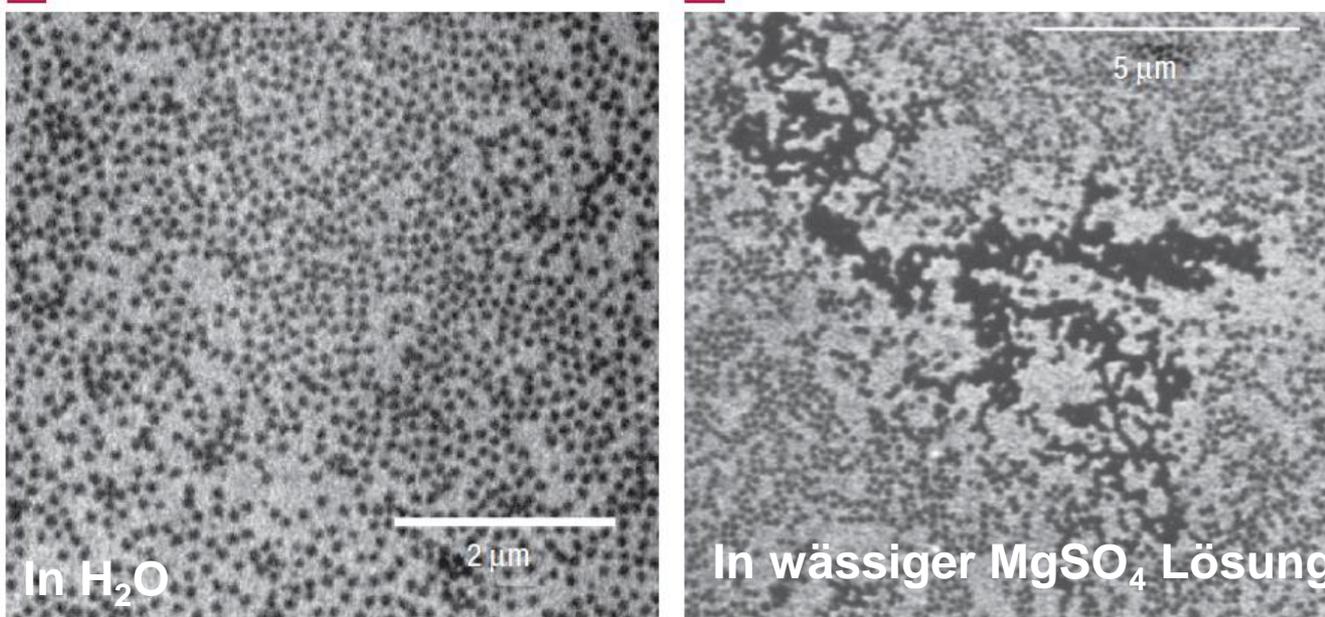
1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Abbildung von Flüssigkeitstropfen zur Untersuchung von Kontaktwinkeln (Benetzungsverhalten) auf unterschiedlichen Unterlagen



N. A. Stelmashenko et al.,
J. Microsc. 2001

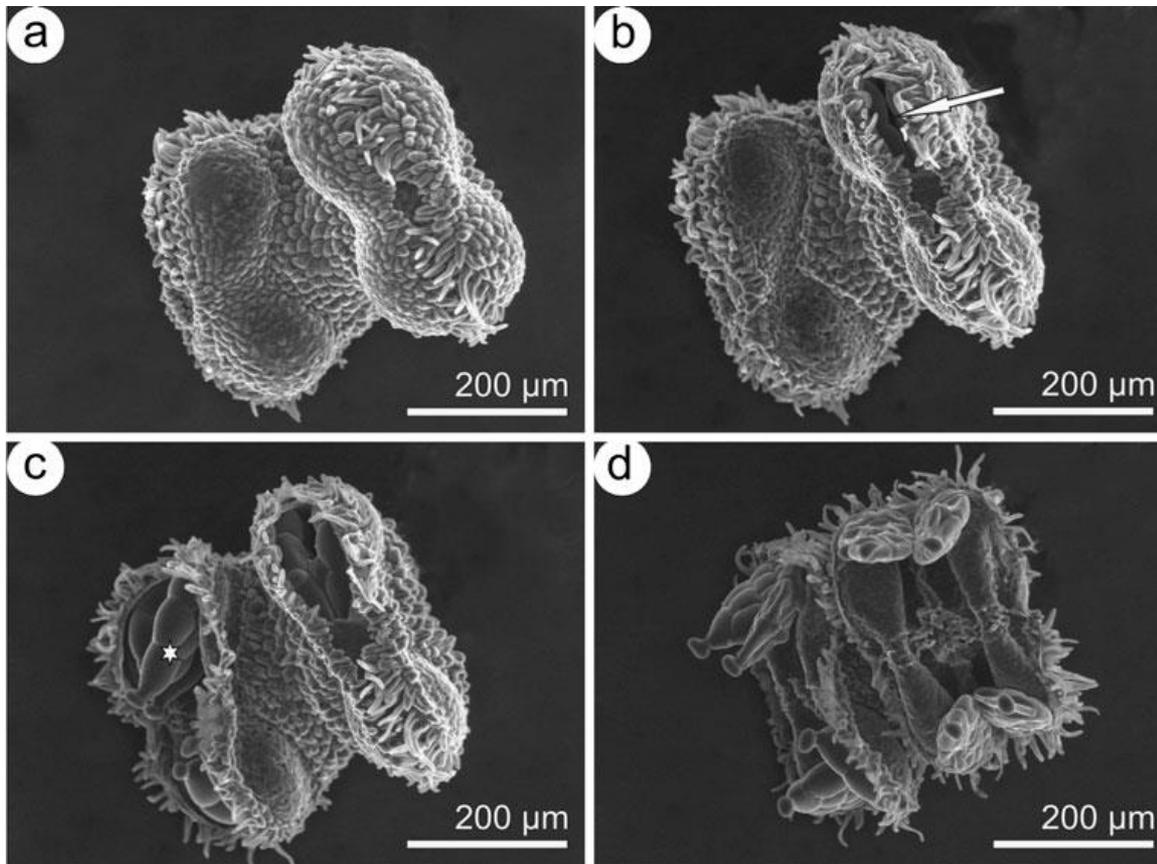
Agglomerationsverhalten von Latex-Nanoteilchen in unterschiedlichen Flüssigkeiten



Donald, Nat. Mat. 2003

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Beobachtung dynamischer Prozesse von biologischen Objekten (durch Vermeiden von Fixierung und Trocknung)

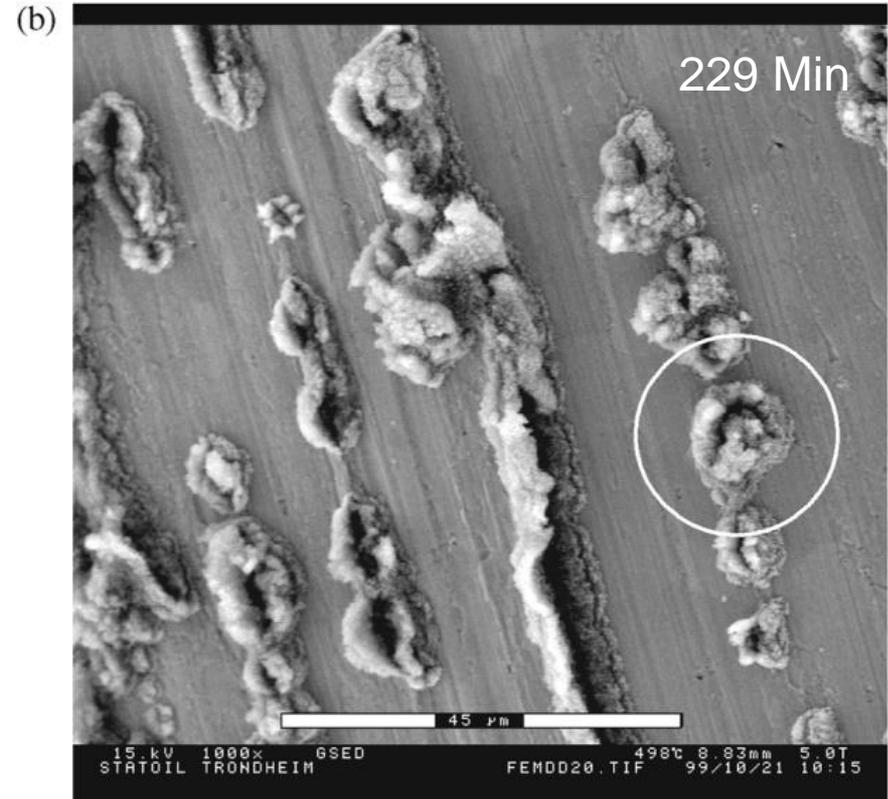


Öffnen eines Staubbeutels
beobachtet im Niedervakuum-
modus

E. Stabentheiner et al. Protoplasma 2010

1.5 „Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie (ESEM)

Prozesse auf katalytisch aktiven Oberflächen



Schmidt et al., Applied Catalysis A: General 215 (2001) 257–270

Kohlenstoffabscheidung auf einer Eisenoberfläche bei 500 °C in Methanol/H₂ Atmosphäre

1.6 EBIC

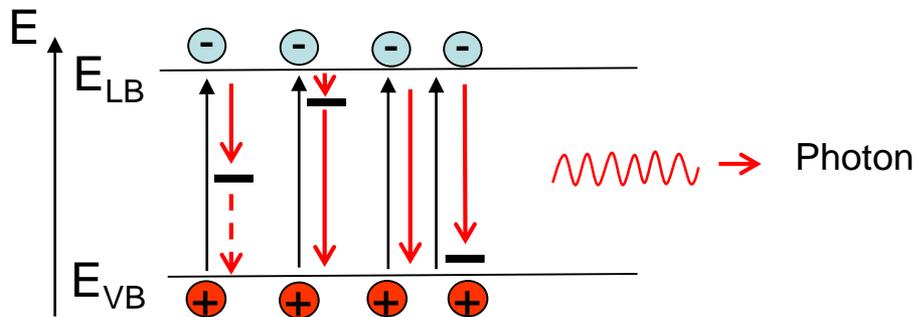
Aus Zeitgründen gestrichen

1.7 Kathodolumineszenz (CL: cathodoluminescence)

Untersuchung der elektronischen und optischen Eigenschaften von Halbleitern, Halbleiterbauelementen und Isolatoren

Wiederholung aus der Halbleiterphysik:

- Halbleiter und Isolatoren haben Bandlücken zwischen Valenz- (VB) und Leitungsband (LV) mit Bandlückenenergien zwischen 0,1 eV und ca. 6 eV
- In der Bandlücke von Halbleitern gibt es elektronische Defektzustände (Akzeptoren/Donatoren durch Dotierstoffe und Verunreinigungen oder durch strukturelle Defekte)



Zusammenhang zwischen Energie E ,
Frequenz ν und Wellenlänge λ von Licht:

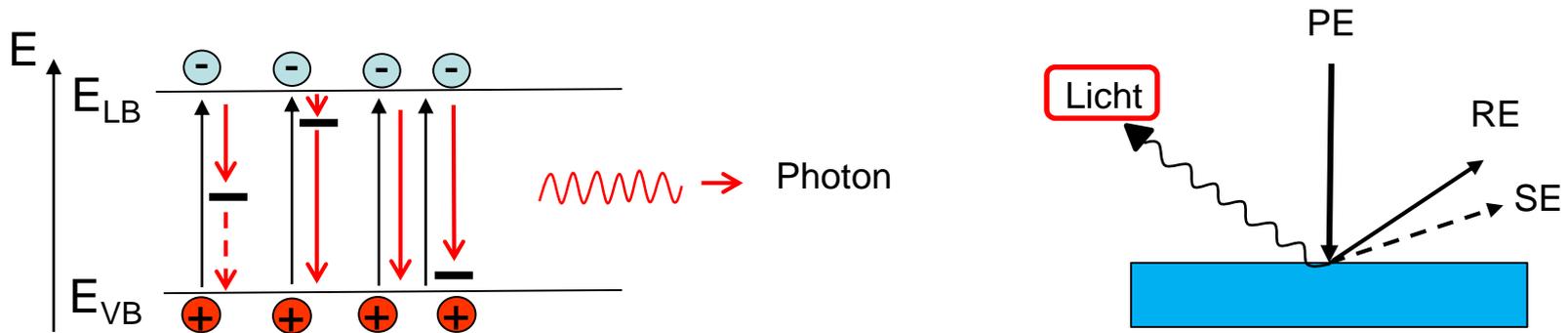
$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

h : Planck'sche Konstante

- Anregung von Elektronen vom VB ins LB führt zu positiven Ladungsträgern (Löcher) im VB (auch aus Donatorzuständen können Elektronen ins LB angeregt werden)
- Emission von Licht findet statt, wenn Elektronen und Löcher strahlend rekombinieren
- Viele Rekombinationsprozesse erfolgen jedoch nichtstrahlend durch Dissipation der Energie durch Phononenerzeugung oder über Defektzustände in der Bandlücke
- Rekombination von Elektron/Lochpaaren erfolgt meistens über positiv geladene Defektzustände
→ aus der Analyse des emittierten Lichtes (Wellenlänge, Intensität) kann man viel über Defektzustände im Halbleiter lernen – Photolumineszenzspektroskopie (PL) ist Standardverfahren in der Halbleiterphysik

1.7 Kathodolumineszenz (CL: cathodoluminescence)

- Photolumineszenzspektroskopie: Anregung von Elektron/Lochpaaren durch (Laser)Licht, gemessene Spektren in der Regel *ohne räumliche Auflösung*
- Kathodolumineszenz im Rasterelektronenmikroskop: Anregung von Elektron/Loch-Paaren durch Primärelektronen (z.B. regt ein PE mit 1 keV Energie im Mittel 322 Elektron/Loch-Paare in Silizium an mit 3.1 eV pro Elektron/Loch-Paar)
- detektierte Lichtemission (Spektren) *mit hoher räumlicher Auflösung* (Wechselwirkungsvolumen)



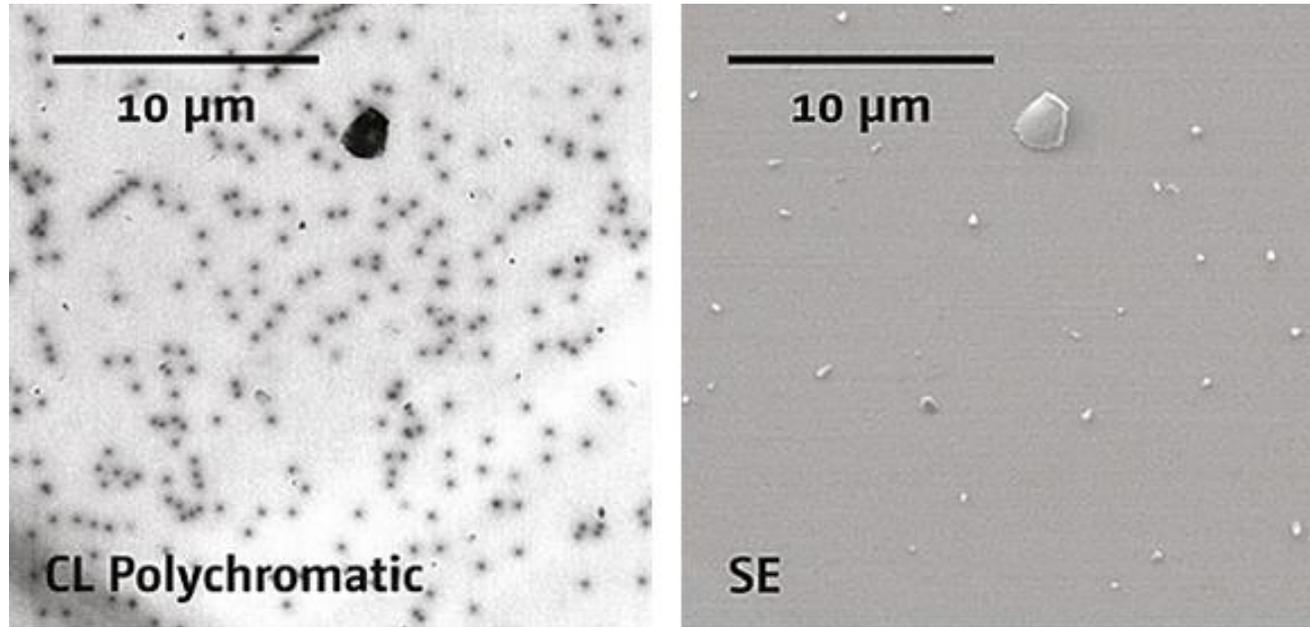
Intensität und Wellenlänge des lokal emittierten Lichtes ist bestimmt durch lokale

- Bandlückenenergie
- Konzentration und Art von Störstellenniveaus, die in einer Probe räumlich variieren können

Anwendungen: hauptsächlich Halbleitertechnologie, Halbleiterforschung

- Dotierungsschwankungen
- Analyse von Defekten, an denen nichtstrahlende Rekombination stattfindet (Versetzungen, gestörte Oberfläche und Grenzflächen)

1.7 Kathodolumineszenz (CL: cathodoluminescence)

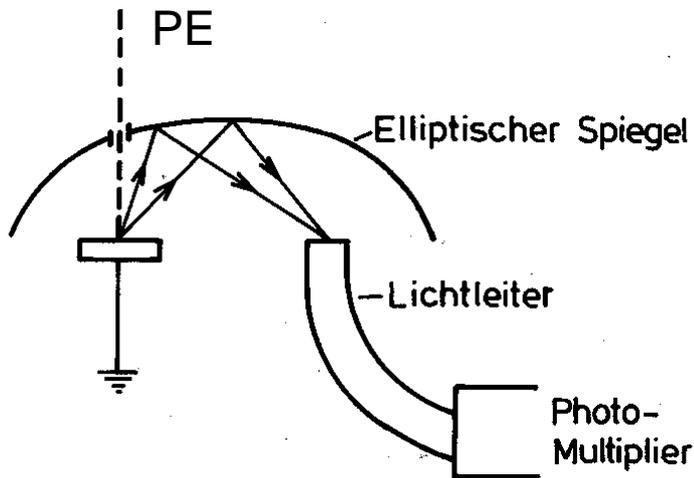


Cathodoluminescence is the ideal tool to measure threading dislocations density in GaN (1e) ; they appear as dark spots because of non radiative recombination in their vicinity. A secondary electron scan of the same region cannot identify any threading dislocations (right).

<http://www.emcrafts.com/en/products/cathodoluminescence-microscope-analysis.php>

- Detektierung des insgesamt emittierten Lichtes ohne spektrale Zerlegung
- Erhöhte nichtstrahlende Rekombination an Defekten (z.B. Versetzungen) an der Oberfläche

1.7 Kathodolumineszenz (CL: cathodoluminescence)



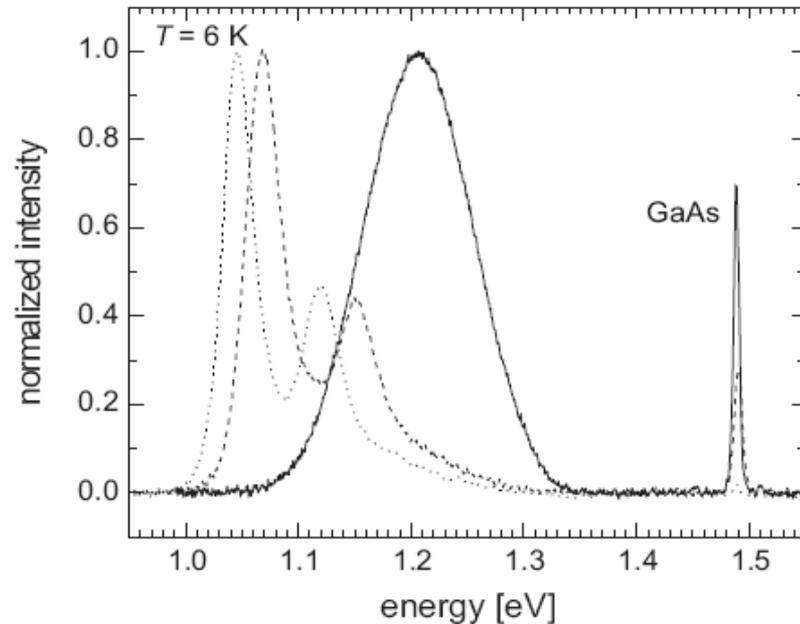
P.F. Schmidt, „Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse“, Abb.2.33

+ **Spektrometer**

Kathodolumineszenz
Spektrum



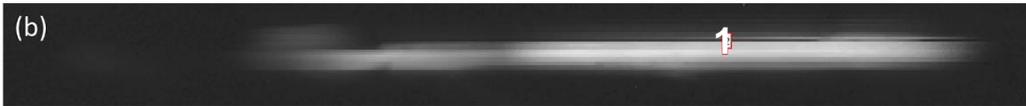
Probenkühlung notwendig, um nichtstrahlende Rekombinationsprozesse (z.B. Anregung von Phononen) zu reduzieren



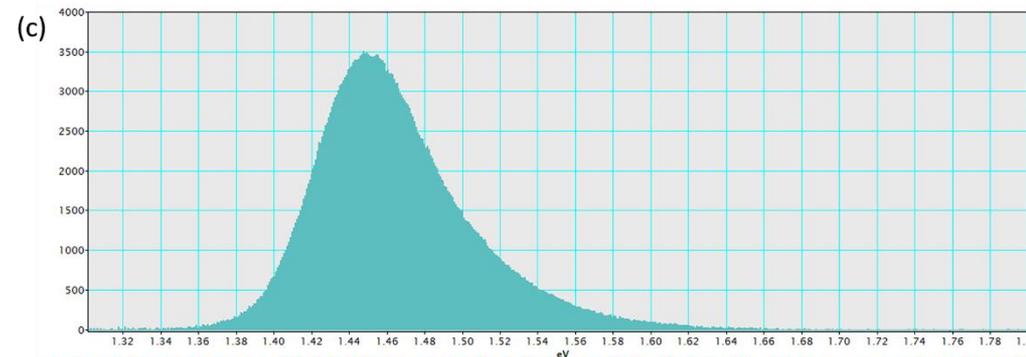
1.7 Kathodolumineszenz (CL: cathodoluminescence)



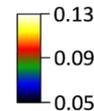
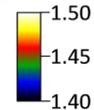
SE Abbildung eines GaAs Nanodrahts



CL Abbildung der Emission von Licht mit einer Energie von 1.46 ± 0.02 eV



Individual CL Spektrum an der Stelle 1 mit einem Peak bei 1.45 eV



Dr. U. Jahn, Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik

(d) Variation der Energie des zentralen Peaks zwischen 1.47 eV und 1.425 eV zeigt Übergang von GaAs mit Zinkblendestruktur zu Wurtzitstruktur

(e) Variation der Halbwertsbreite des zentralen Peaks

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

Spannungskontrast eines elektronischen Schaltkreises

Ohne angelegte Spannung

+12 V an Zuleitungen mit dunklem Kontrast

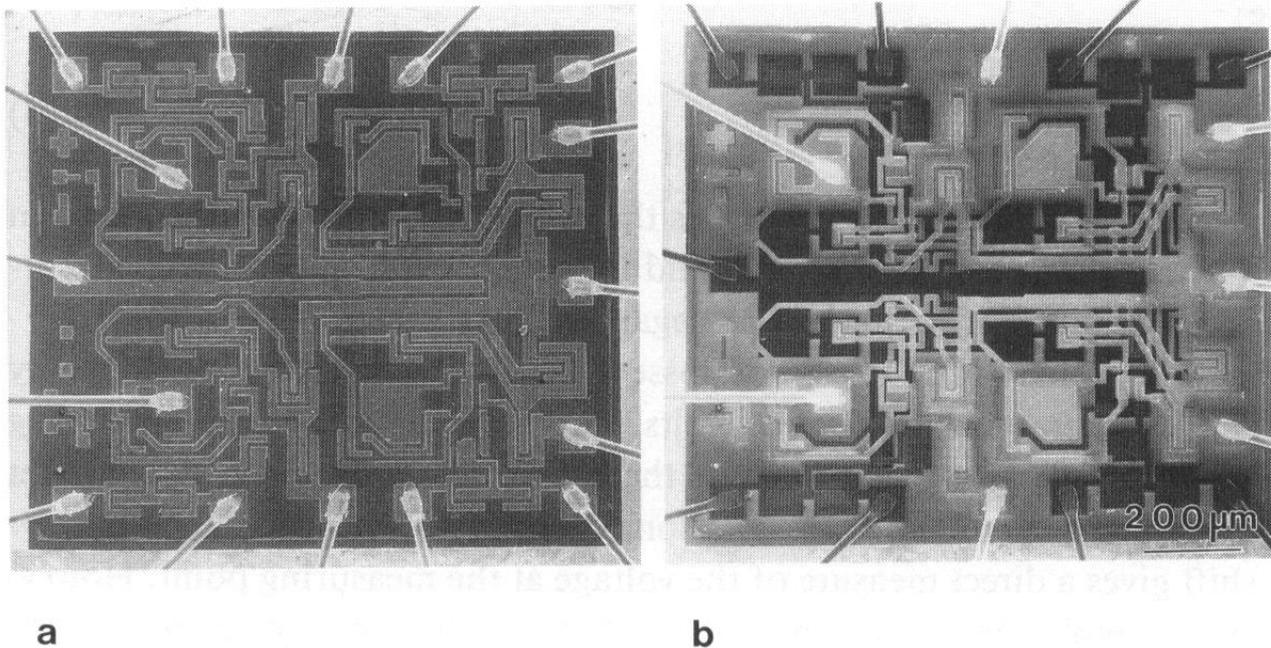


Fig. 8-2. Scanning electron microscope micrographs of an integrated logic circuit [8-6]. a) Normal SE image, all interconnections grounded. b) SE image with voltage contrast; dark interconnections: +12 V; bright interconnections: 0 V.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.2

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

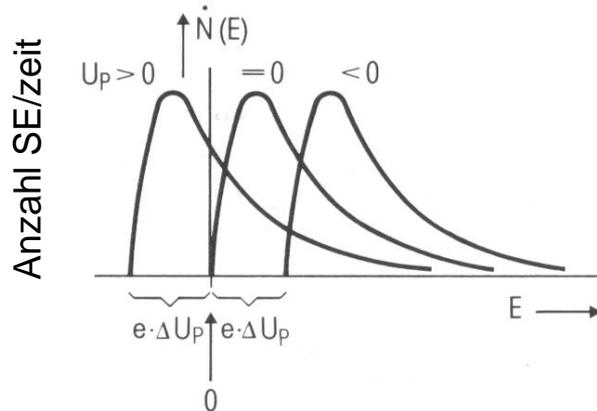


Fig. 8-1. Energy distribution of secondary electrons: $\dot{N}(E)$ is the number of SEs emitted per time and energy interval and E the energy referred to ground potential. The middle curve applies to the case of SEs starting from a grounded measuring point ($U_p = 0$). Voltages deviating from zero lead to a shift in the energy distribution. Due to the negative electron charge, the shift is to lower energies for $U_p > 0$ and higher energies for $U_p < 0$.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.1

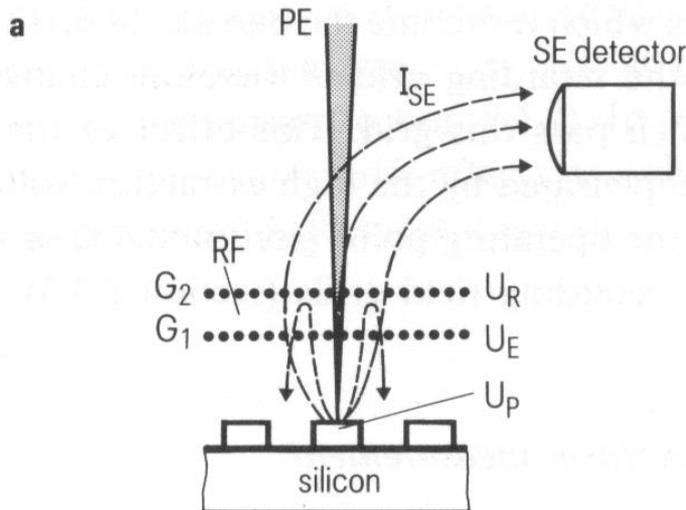
- Veränderung der Energieverteilung der SE in Abhängigkeit vom angelegten Potential U

$$E = E_{(U=0)} - eU$$

- Aber: SE Detektoren können keine SE Energien messen
- SE Emission ist auch durch Topographie beeinflusst

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

Schwierigkeit: lokale Mikrofelder (Sattelpunktpotentiale U_r) werden durch umgebende Potentialverteilung beeinflusst und damit auch $I_{SE} \rightarrow$ Spannungskontrast ist abhängig von der Umgebung (gleiche Helligkeit bedeutet nicht zwangsläufig gleiches lokales Potential U_p auf der Probe)



Quantitativer Spannungskontrast (Bestimmung des lokalen Potentials U_p) durch Messung der SE Energie mit einem retardierenden Elektronenenergie Spektrometer:

G1: Elektrode mit hoher Extraktionsspannung U_E (abgemilderte/asgegliche Mikrofelder)

G2: Retardierende Elektrode mit definiertem Potential U_R

Fig. 8-5.

Principle of voltage measurement [8-6]. a) Configuration with retarding field spectrometer RF: grid G_1 extraction electrode with voltage U_E , grid G_2 retarding electrode with voltage U_R ; measuring point voltage U_p . b) SE energy distribution curves (designations as

$$I_{SE} = e \int_{-eU_r}^{50eV} \dot{N}(E) dE$$

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.3a

Zusammenfassung

„Environmental“ Rasterelektronenmikroskopie:

- Drücke bis zu 50 torr in der Kammer erlauben die Untersuchung von Proben, die Flüssigkeiten enthalten, und eröffnen Möglichkeiten unterschiedlicher in-situ Experimente (Kondensation und Verdampfung von Flüssigkeiten, Auswirkung chemischer Reaktionen auf die Probenstruktur, ...)
- Untersuchung von elektrisch schlecht leitenden Proben ohne Bedampfung

Kathodolumineszenz:

- Anregung von Elektron/Loch-Paaren durch Primärelektronen, Lichtemission durch Rekombination von Elektron/Loch-Paaren geben Informationen über *lokale* optoelektronische Eigenschaften (Bandlückenenergien und elektronische Zustände in der Bandlücke, die durch Dotierung, chemische Verunreinigungen oder strukturelle Defekte verursacht werden)
- Sehr gute räumliche Auflösung im Bereich der Größe des Wechselwirkungsvolumens
- SE und/oder RE Abbildung erlaubt Zuordnung elektronischer und struktureller Eigenschaften

Prüfen elektronischer Bauelemente mit Spannungscontrast

- Quantitative Bestimmung des lokalen Probenpotentials in Schaltkreisen mit Hilfe eines retardierten Elektronenspektrometers