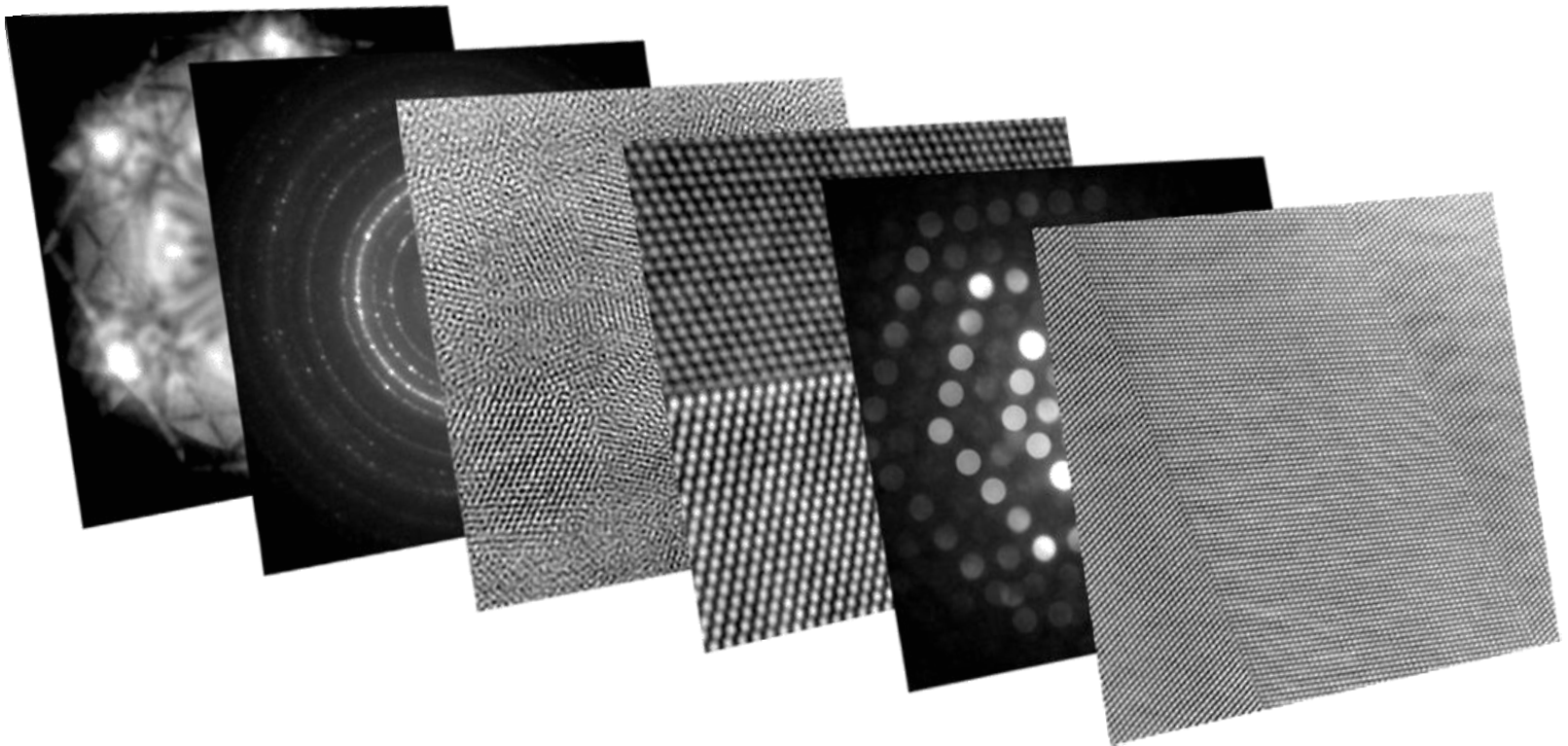


# Transmissionselektronenmikroskopie



Prof. M. Rettenmayr, Dr.-Ing. Martin Seyring



## 1. Einführung

- Vergleich TEM – LM
- Wechselwirkung Materie – Elektronen

## 2. Probenpräparation

## 3. Spektroskopie (Chemische Analyse)

- EDS
- EELS
- Gegenüberstellung



## 4. Elektronenbeugung

- Typen von Beugungsmustern: SAD, Kikuchi, CBED, NBED
- Wiederholung reziprokes Gitter
- SAD: Strahlengang, Indizierung
- Kikuchi-Muster: Entstehung, Orientierung von Proben
- CBED: Entstehung, Informationsgehalt

## 5. Kontrasttheorie

- Masse-Dicken-Kontrast
- Beugungskontrast
- Hellfeld/Dunkelfeld
- Phasenkontrast (HRTEM)

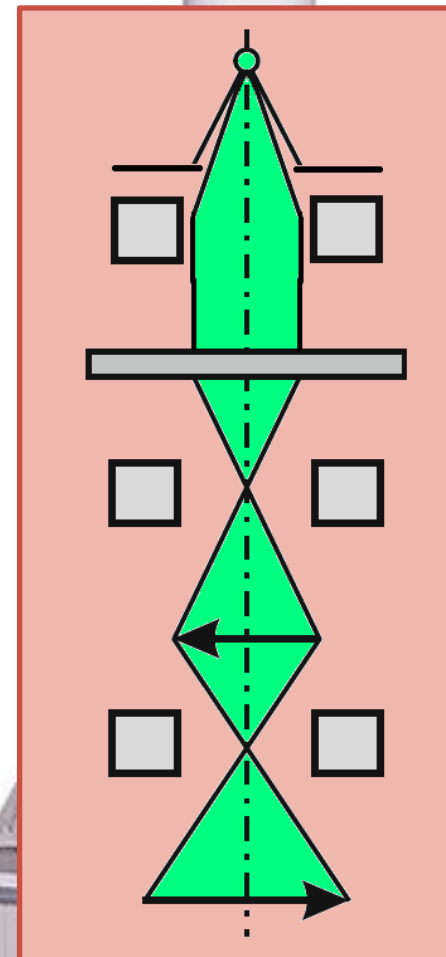
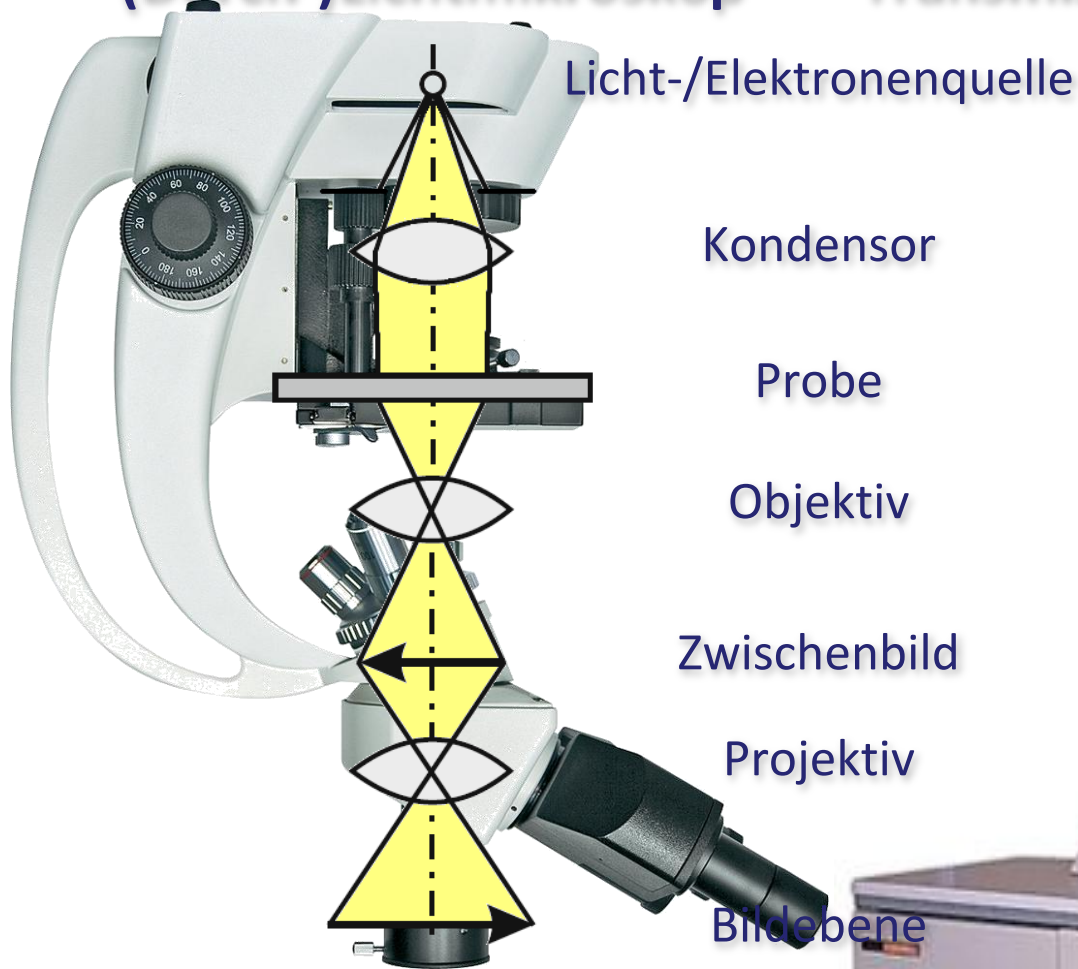


- Hornbogen, E. and B. Skrotzki. *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*. 2009, Springer-Verlag,  
<http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-89946-4>
- Williams, D.B. and C.B. Carter, *Transmission electron microscopy : a textbook for materials science*. 1996, Plenum Press
- Fultz, B. and J.M. Howe. *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. 2008, Springer-Verlag,  
<http://dx.doi.org/10.1007/978-3-540-73886-2>
- Kirkland, A.I. and J.L. Hutchison, *Nanocharacterisation*, 2007, Royal Society of Chemistry  
<http://www.rsc.org/publishing/ebooks/2007/9780854042418.asp>

# 1.1 Vergleich LM – TEM

## (Durch-)Lichtmikroskop

## Transmissionselektronenmikroskop



# 1.1 Vergleich LM – TEM

## (Durch-)Lichtmikroskop

$$\lambda \approx 400 \dots 700 \text{ nm}$$

$$d_{\min} \approx 300 \text{ nm}$$

$$d_{\min} \leq \lambda$$

Ernst Abbe

$$d_{\min} = 0,61 \frac{\lambda}{n \cdot \sin \alpha}$$

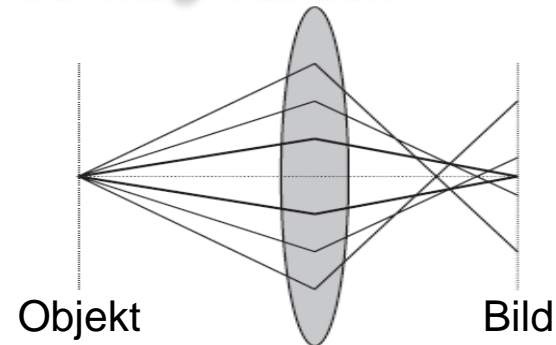
## Transmissionselektronenmikroskop

$$\lambda \approx 2 \cdot 10^{-3} \text{ nm}$$

$$d_{\min} \approx 10^{-1} \text{ nm}$$

$$d_{\min} \approx 50 \lambda$$

sphärische Aberration  $C_s$   
der magn. Linsen



$$d_{\min} = 0,91 \sqrt[4]{C_s \cdot \lambda^3}$$

# 1.2 TEM Aufbau und Funktion

## Gun:

Erzeugung & Beschleunigung  
von Elektronen

Electron gun

## Kondensator:

Strahlformung

1st condenser lens  
2nd condenser lens  
Condenser aperture  
assembly  
Goniometer

## Objektiv:

Vergrößerung

Specimen holder

Objective lens

Selected field aperture

## Zwischenlinse:

Beugung

Objective aperture

Intermediate lens

## Projektor:

Nachvergrößerung

Binocular

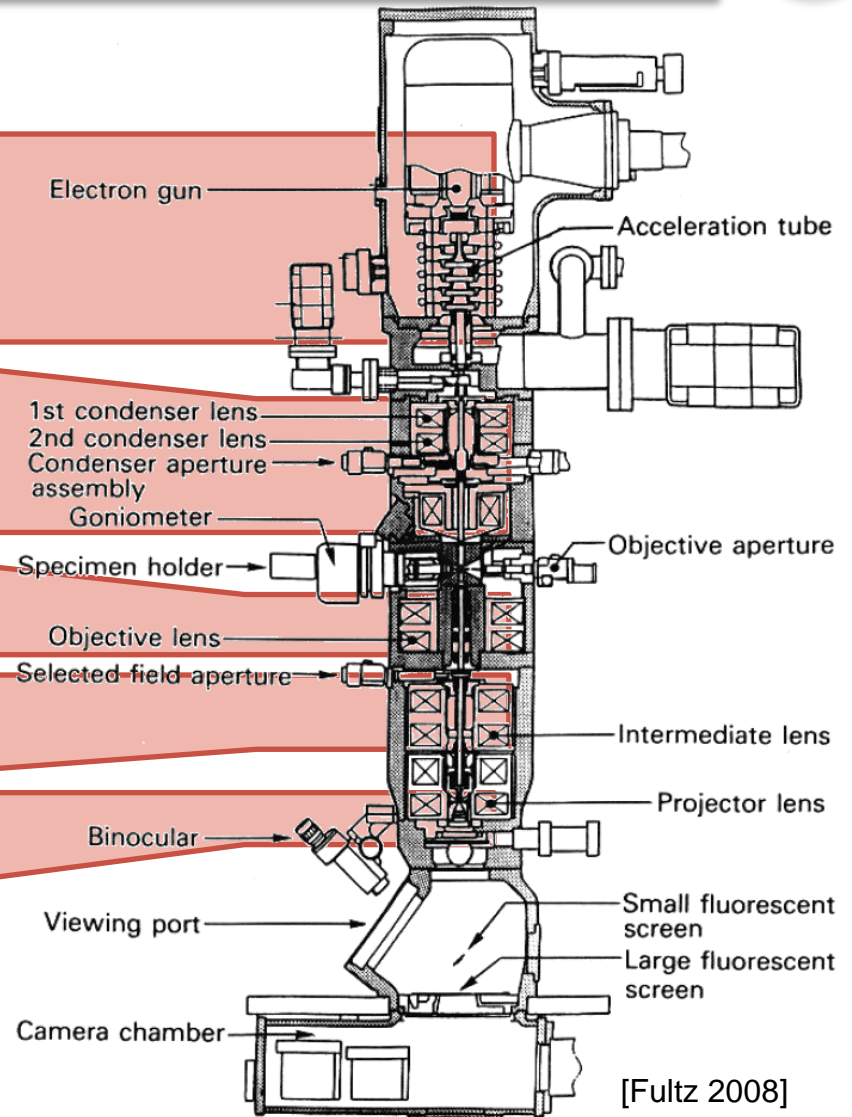
Projector lens

Viewing port

Small fluorescent  
screen

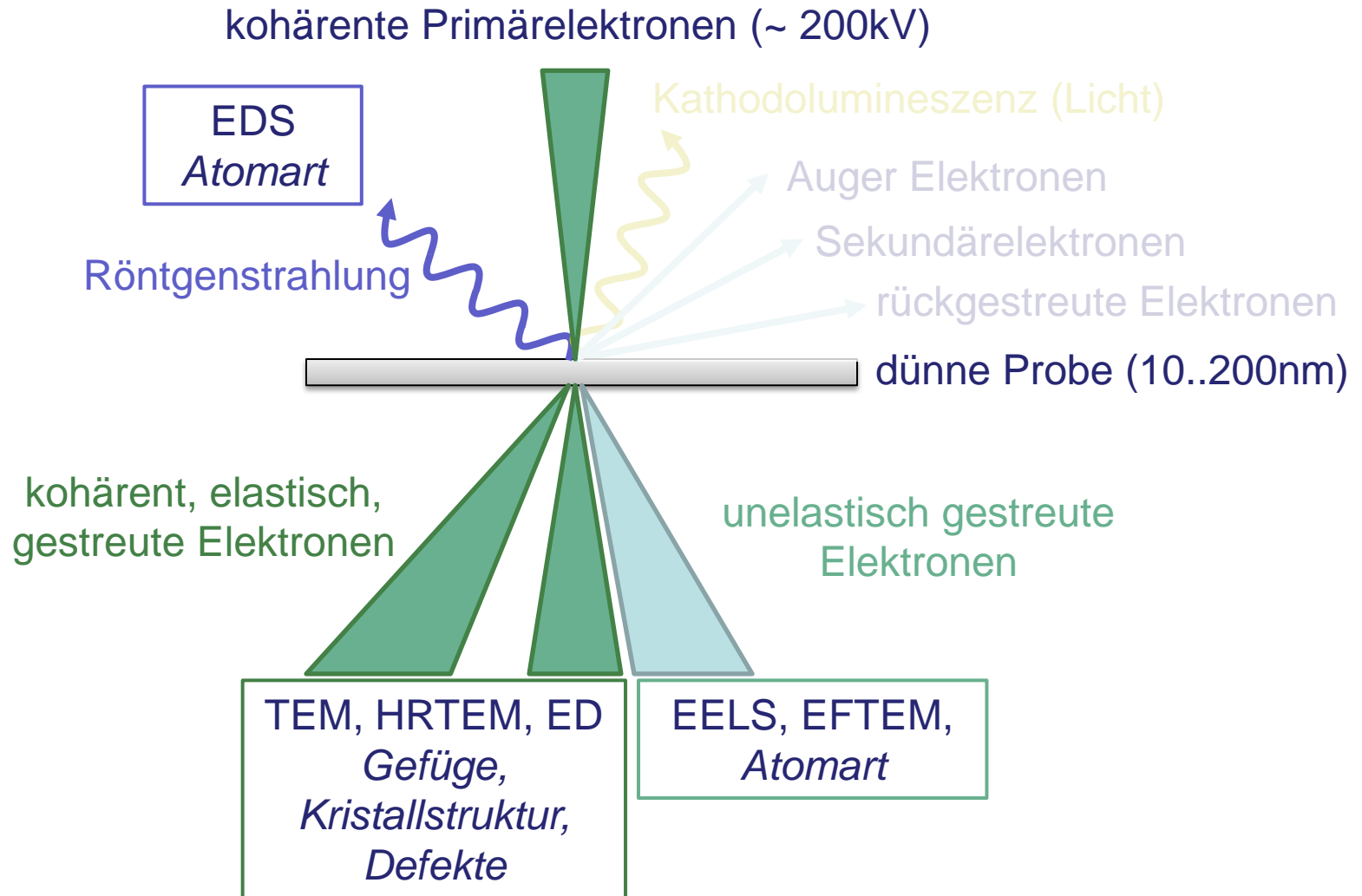
Large fluorescent  
screen

Camera chamber



[Fultz 2008]

# 1.3 Wechselwirkungen e<sup>-</sup>-Strahl – Probe

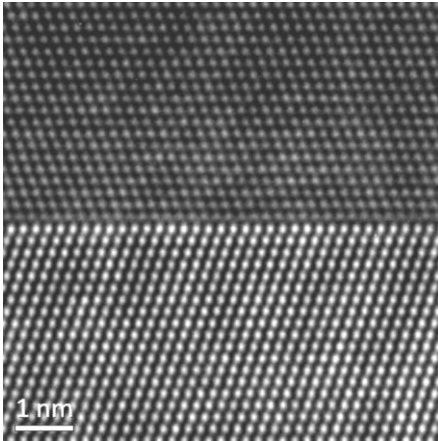




# 1.4 Analytische Möglichkeiten

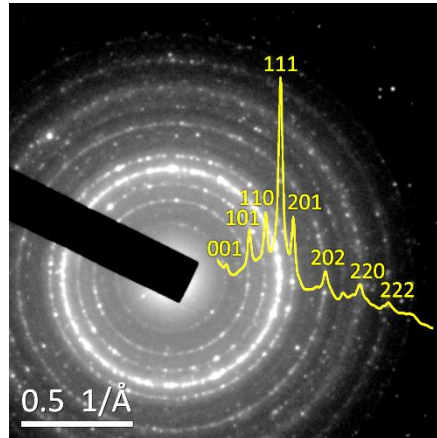
- Mikroskopie

**HRTEM**



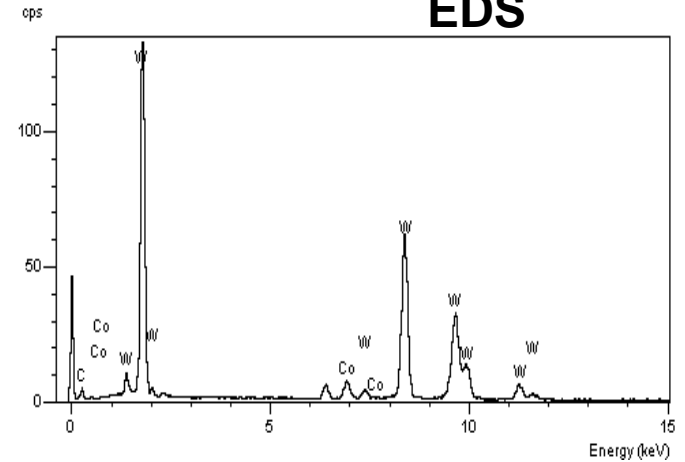
- Beugung (ED)

**SAD**

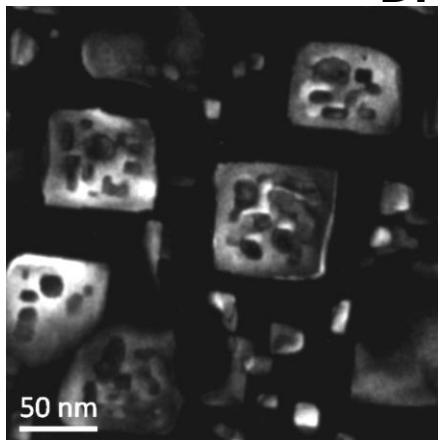


- Spektroskopie

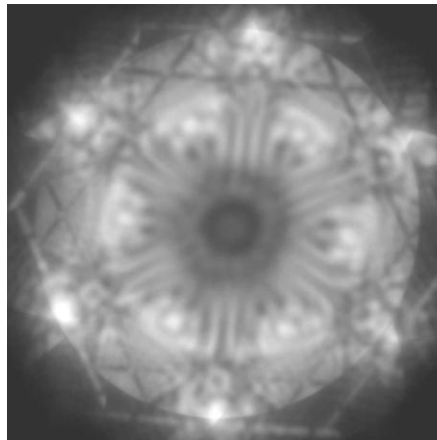
**EDS**



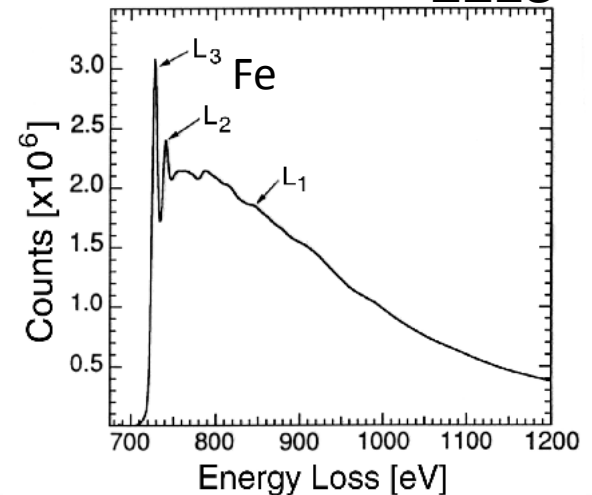
**DF**



**CBED**

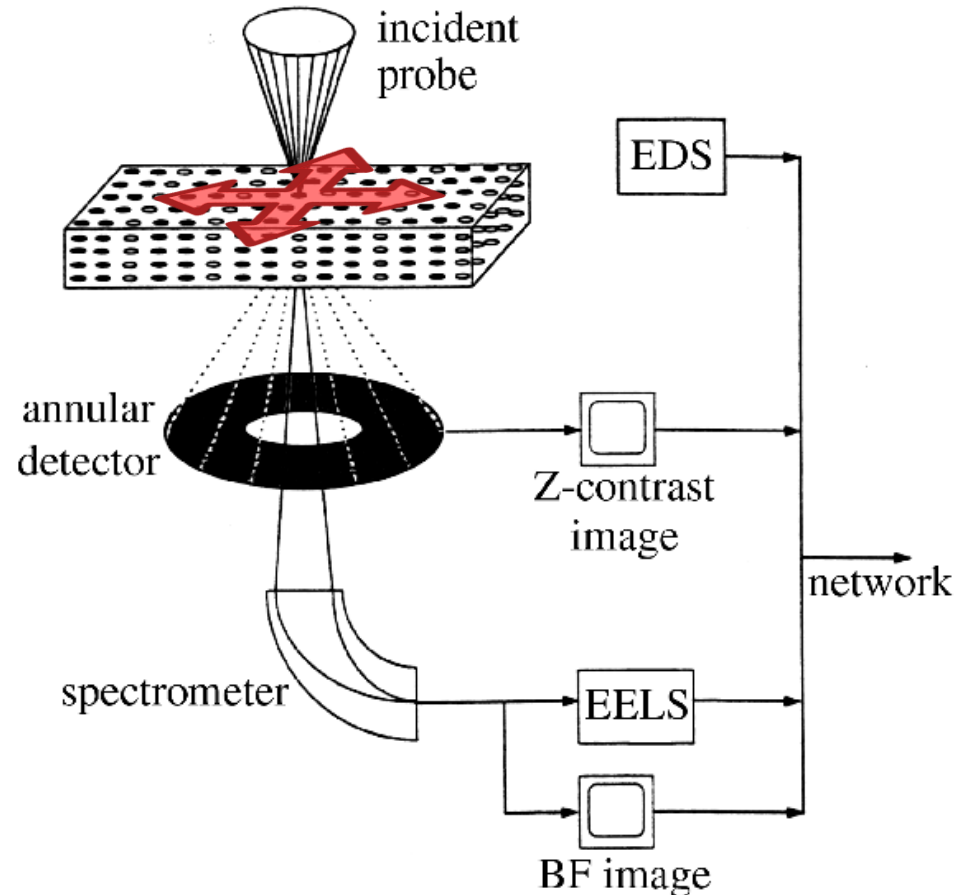


**EELS**



# 1.5 Rastertransmissionselektronenmikroskopie STEM

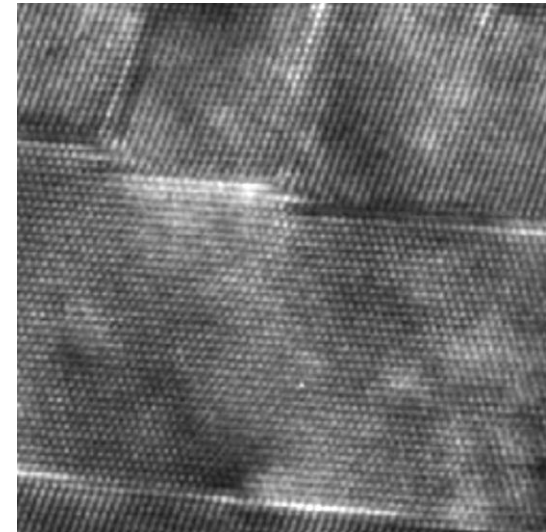
- fokussierter Strahl rastert Probe ab
- Raster-Bilder mit sub-nm-Auflösung
- Auskartieren von:
  - Elementverteilungen
  - Kristallorientierungen
  - Phasenverteilungen
  - Spannungszuständen



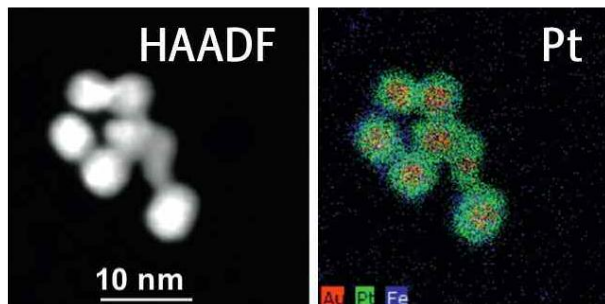
[Fultz 2008]

# 1.6 Anwendungsfelder TEM

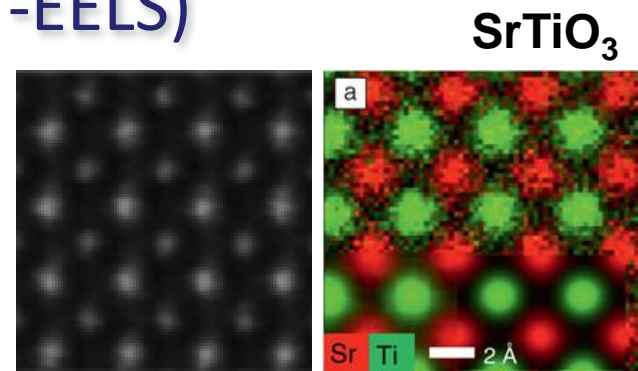
- höhere Auflösung als REM  
→ Abbildung von Defekten mit „atomarer“ Auflösung  
  
→ keine atomar glatte Oberfläche für atomare Auflösung notwendig (wie bei AFM)
- auch für Analyse (STEM-EDS / -EELS)



[Dao et al. Acta Mater 2007]



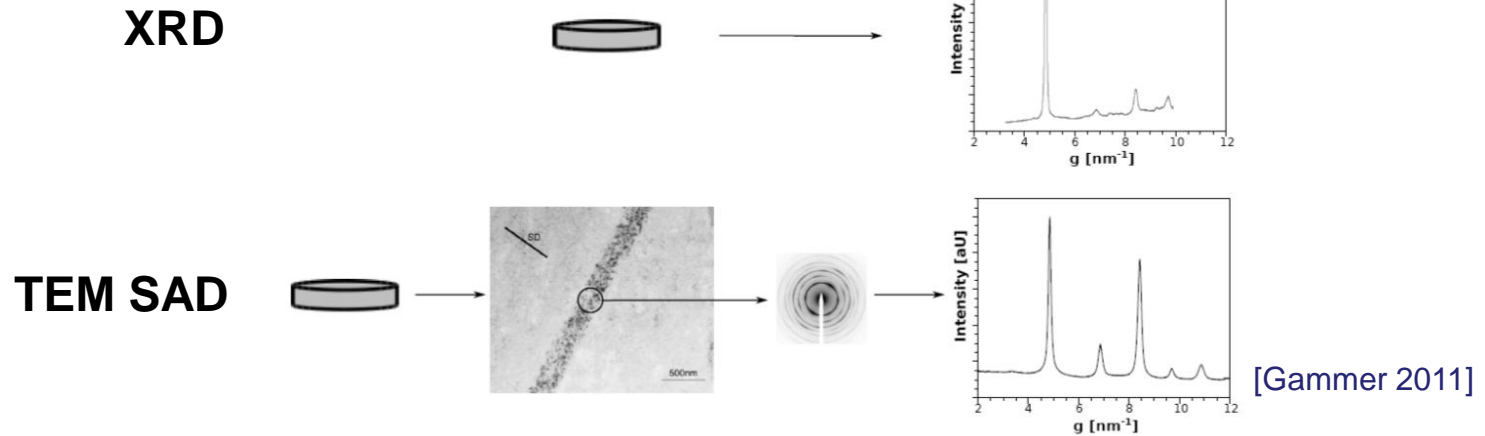
[FEI 2010]



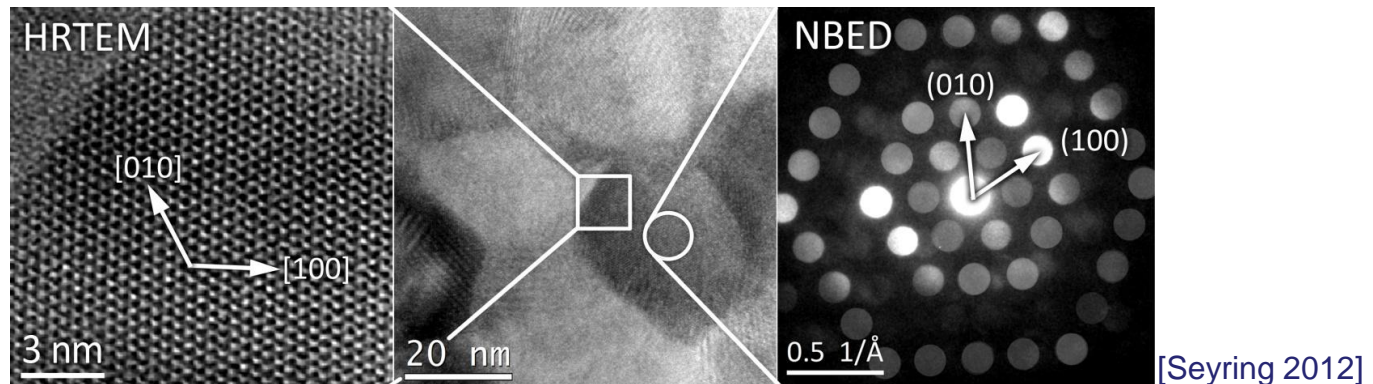
[Allen et al. MRS Bull 2012]

# 1.6 Anwendungsfelder TEM

- sehr lokale Beugungsanalyse → wenige nm



- Einkristallbeugung in polykristallinen Material (einzelne Körner)



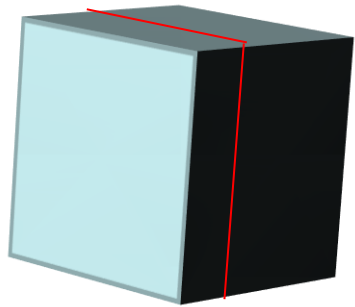
# 1.7 Abkürzungen

BF (HF)	... Hellfeld ( <i>Bright Field</i> )
DF	... Dunkelfeld ( <i>Dark Field</i> )
CBED	... Konvergente Elektronenbeugung ( <i>Convergent Beam Electron Diffraction</i> )
EDS (EDX)	... Energiedispersive Röntgen Spektroskopie ( <i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> )
EELS	... Elektronen Energieverlust Spektroskopie ( <i>Electron Energy Loss Spectroscopy</i> )
ED	... Elektronenbeugung ( <i>Electron Diffraction</i> )
FIB	... Fokussierter Ionenstrahl ( <i>Focussed Ion Beam</i> )
FOLZ	... 1. Laue Zone ( <i>First Order Laue Zone</i> )
HOLZ	... Laue Zonen höherer Ordnung ( $n>2$ ) ( <i>High Order Laue Zones</i> )
HRTEM (HREM)	... Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie ( <i>High Resolution ...</i> )
NBED (NBD)	... Nanostrahl Elektronenbeugung ( <i>Nano Beam Electron Diffraction</i> )
SAED (SAD)	... Feinbereichsbeugung ( <i>Selected Area Electron Diffraction</i> )
STEM	... Rastertransmissionselektronenmikroskopie ( <i>Scanning Transmission ...</i> )
ZOLZ	... 0. Laue Zone ( <i>Zero Order Laue Zone</i> )

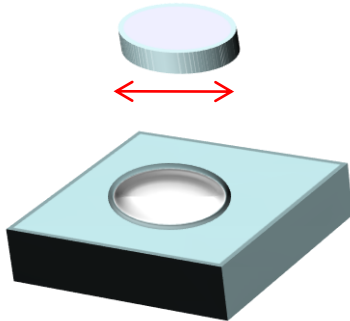
## 2. Probenpräparation

- Elektronentransparenz →  $t \leq 100$  nm
- Oberflächen- ↔ Volumen-Eigenschaften
- Nur begrenzter Bereich für Untersuchung
- Präparationseffekte
  - Energie-/Wärmeeintrag
  - Einbringen von Defekten (Versetzungen, Implantieren)
  - Phasenselektiver Abtrag (mehrphasige Proben)
  - Amorphisierung der Oberfläche
  - Rückabscheidung von Material
  - Relaxieren von Eigenspannungen
- ...

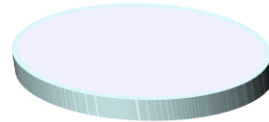
# 2.1 Aufsicht Proben „plane view“



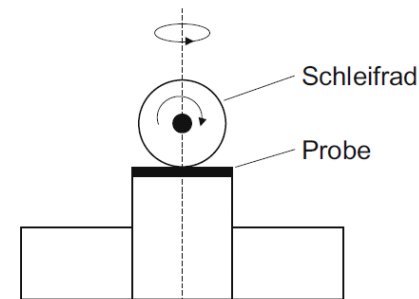
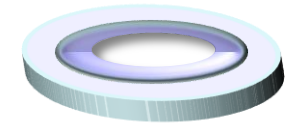
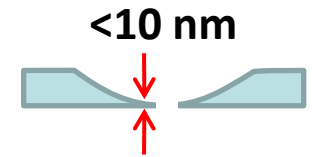
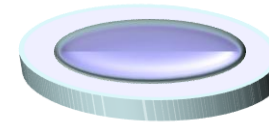
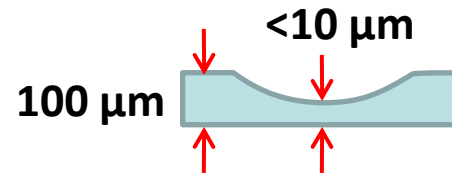
$t \approx 1 \text{ mm}$



$\varnothing = 3 \text{ mm}$



$t \approx 100 \mu\text{m}$

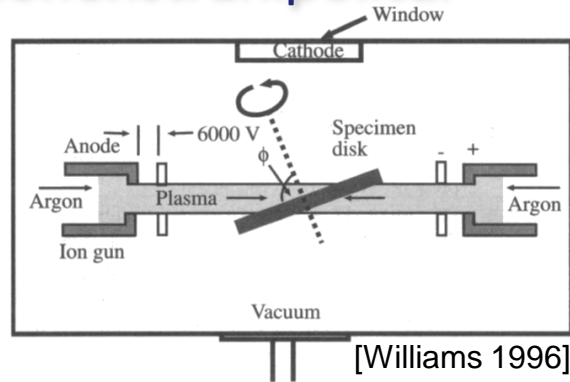


[Hornbogen 2009]

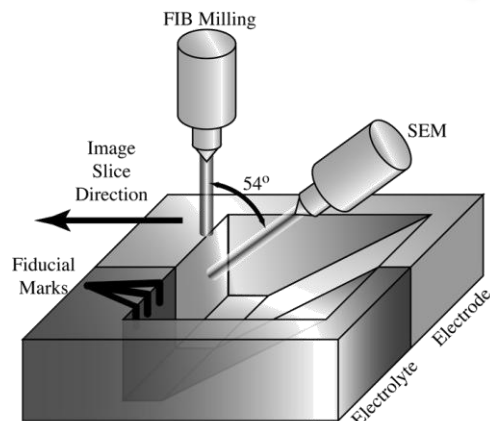
## 2.2 Präparationsmethoden (Finish)

Physikalisch:

- Ionenstrahlpolitur

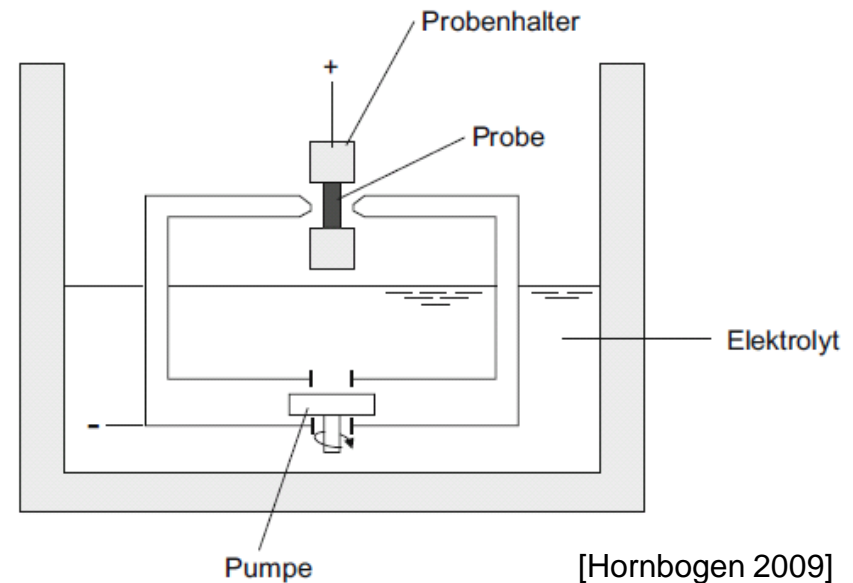


- Focused Ion Beam (FIB)



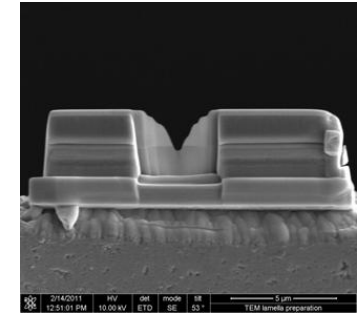
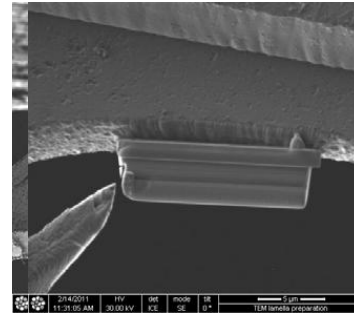
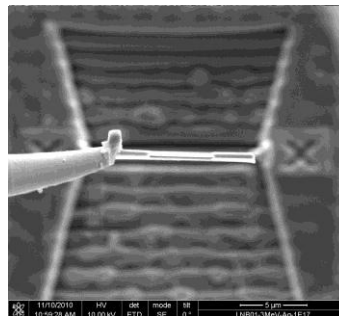
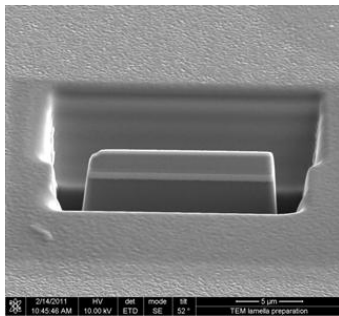
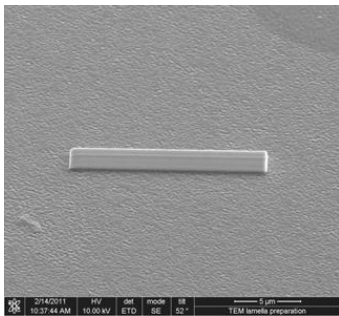
Chemisch:

- Elektrolytstrahlätzen



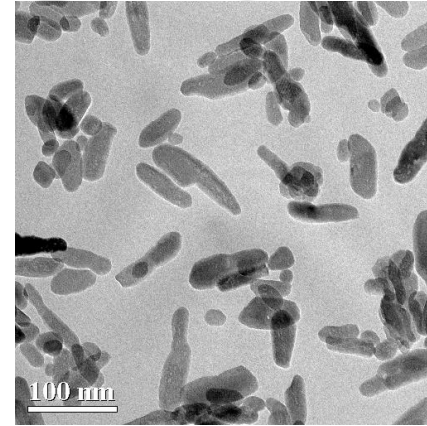
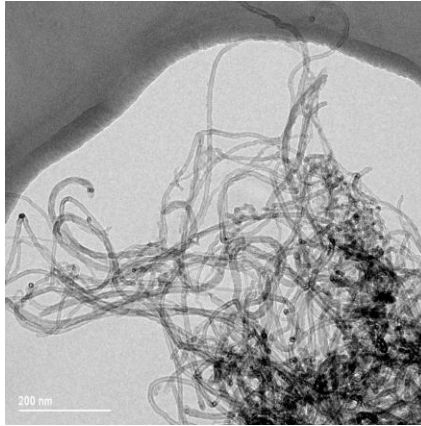


## 2.3 FIB Zielpräparation

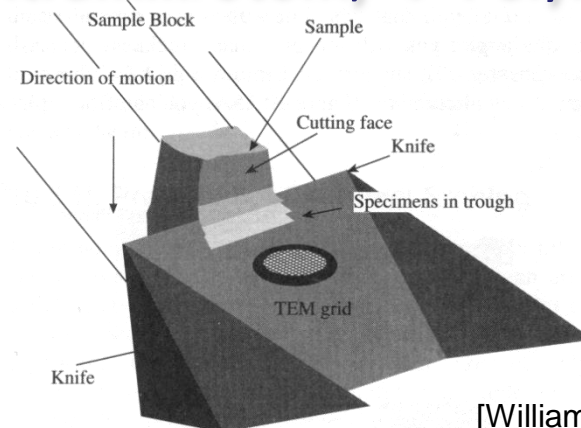


## 2.4 weitere Präparationsmethoden

- Partikel → Dispergieren auf Trägerfilm (Kohle-Loch)



- Kryoschnitte (Ultramikrotom) → Polymere, Biologie



[Williams 1996]

# 3. Spektroskopie (chem. Analyse)

- unelastische Streuung der Elektronen an Atomhüllen

## → Ionisierung

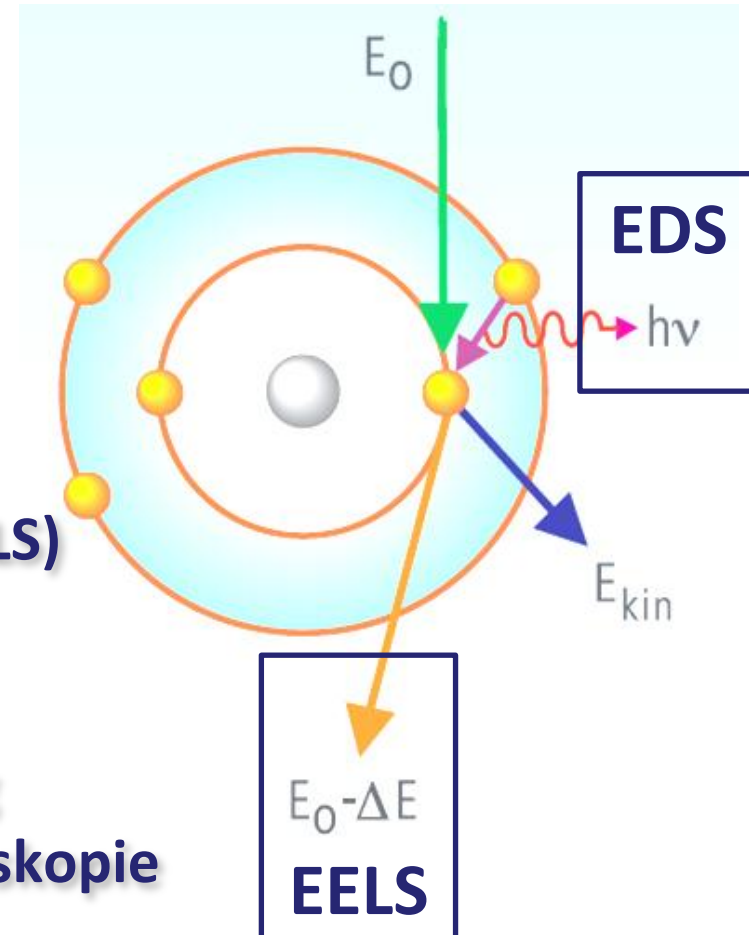
charakteristischer Energieverlust  
gestreuter Elektronen

**Energie-Verlust-Spektroskopie (EELS)**

## → Auffüllen

charakteristische Röntgenstrahlung

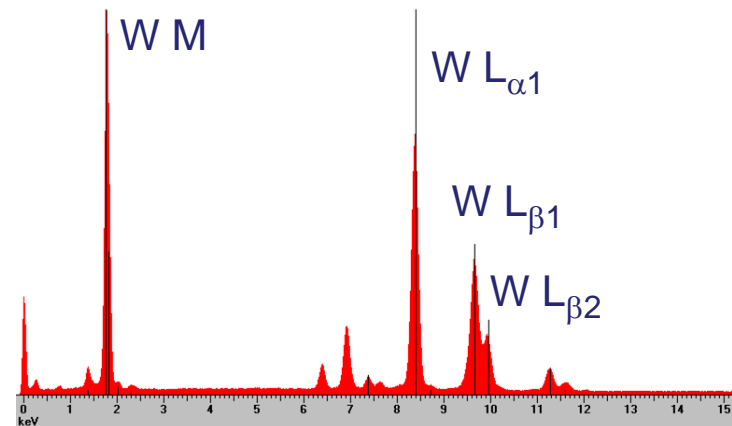
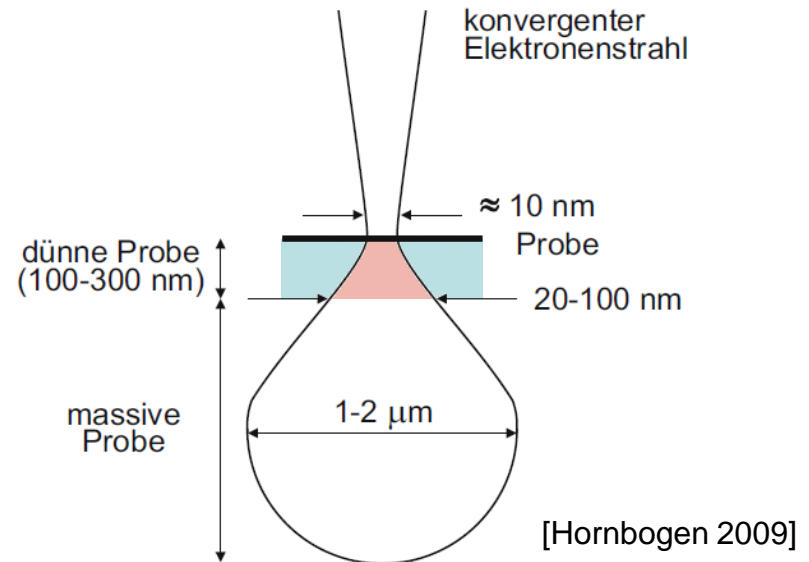
**energiedispersive Röntgenspektroskopie  
(EDS)**



[Zeiss SMT]

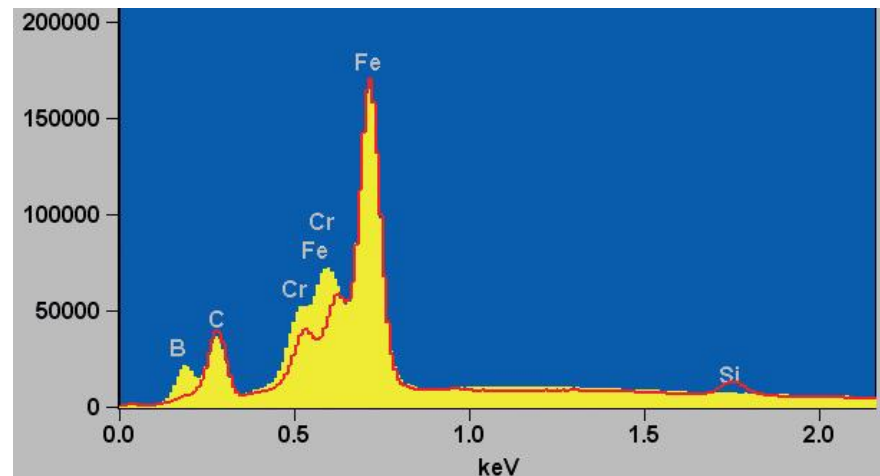
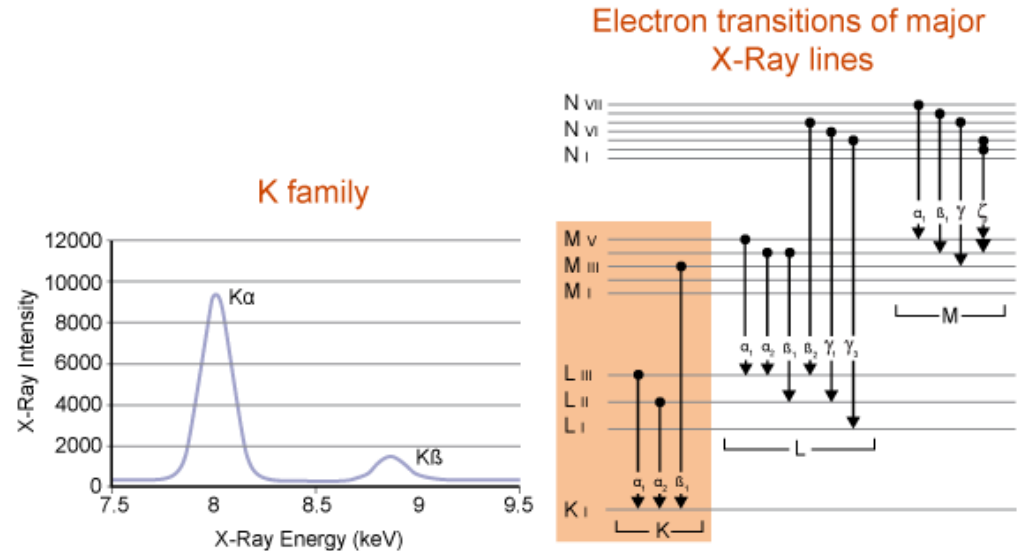
# 3.1 EDS - Unterschiede zum REM

- 10x höhere Anregungsspannung
  - Probe muss zu Detektor gekippt werden (größerer Abstand)
  - dünne Proben
- nur Hals der Anregungsbirne
- höhere Ortsauflösung
- keine ZAF-Korrektur nötig
- geringere Zählraten

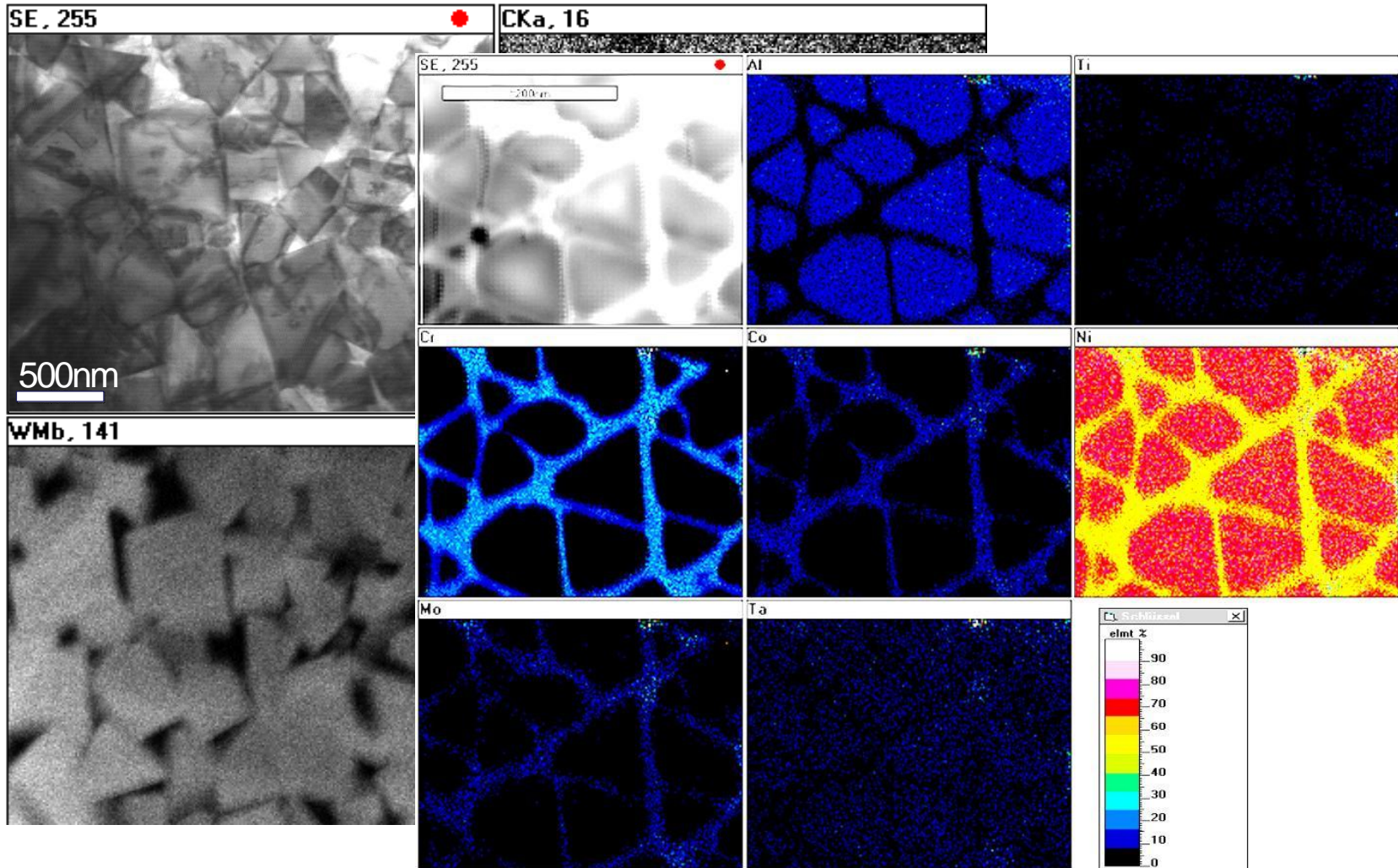


# 3.1 EDS - Spektrum

- Röntgenemissionslinien = charakteristische Übergänge in  $e^-$ -Hülle
- Quantifizierung der Zusammensetzung durch Anpassung des gesamten Spektrums über *serial-fit*



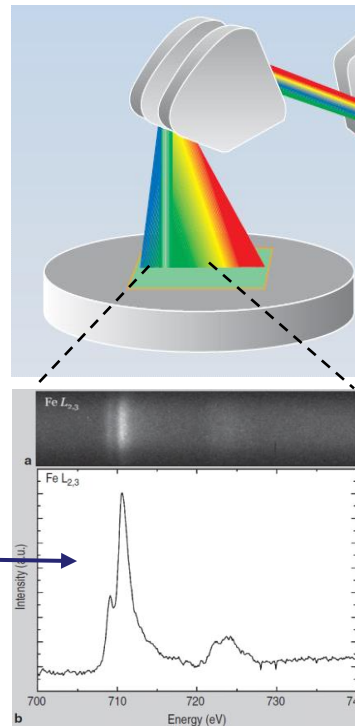
# 3.1 EDS – STEM mapping



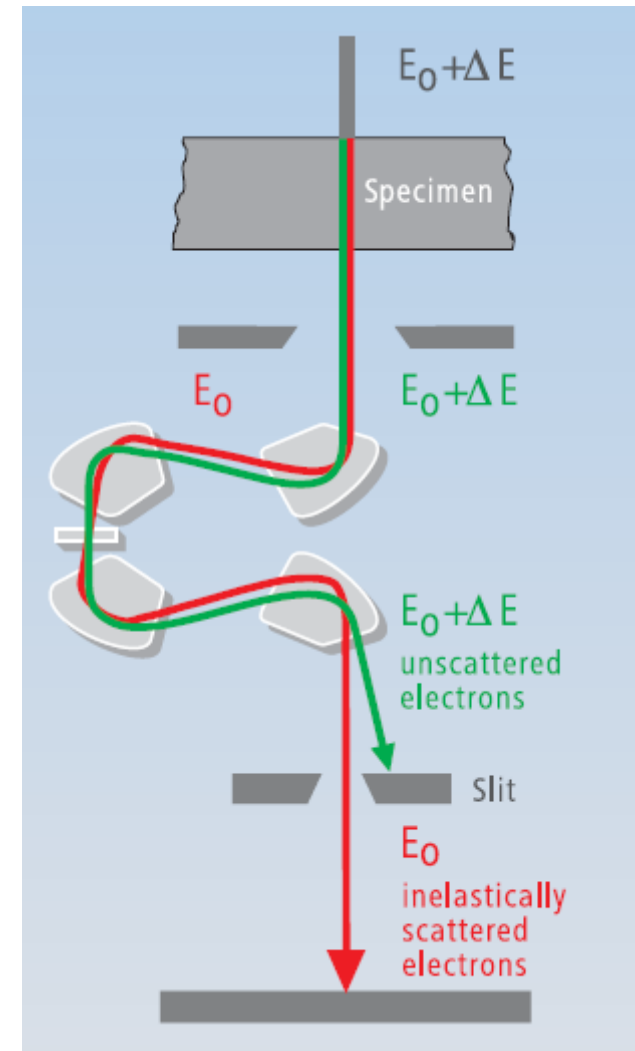
- unelastisch gestreute  $e^-$   
→  $\Delta E$ ,  $\Delta\lambda$ ,  $\Delta v$

- Energiefilter  
= magnetisches Prisma  
→ Lorentz Kraft

für Atomsorte  
spezifische  
Verlustkanten



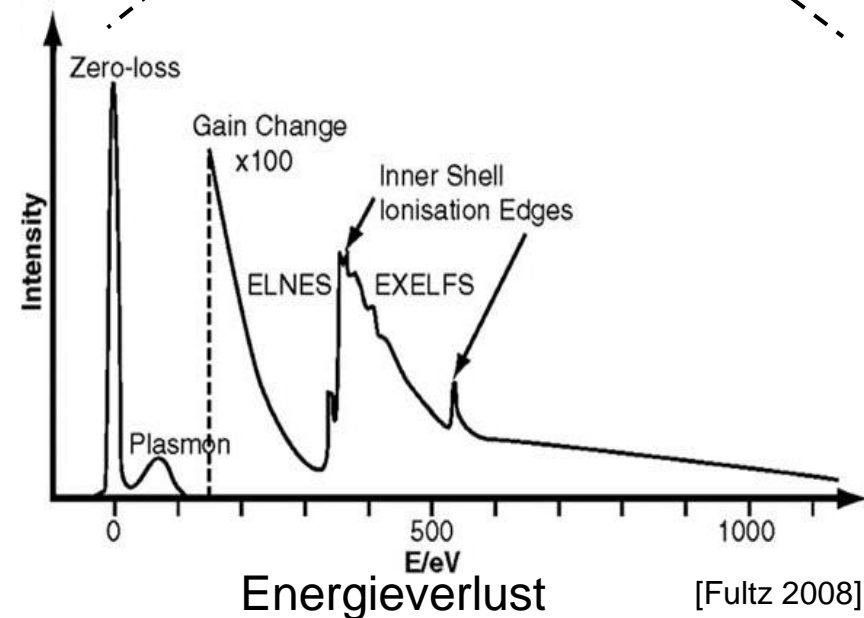
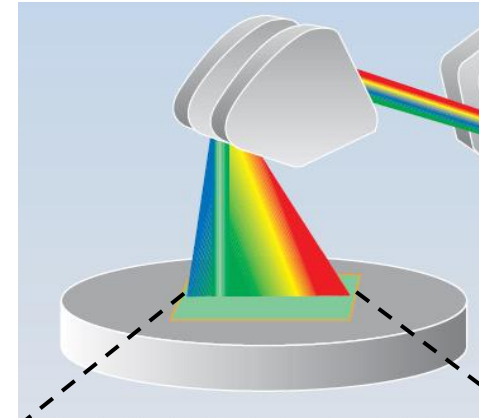
[Colliex et al. JOM 2010]



[Zeiss SMT]

## 3.2 EELS-Spektrum

- $e^-$ -Strahl verliert Energie durch unelastische Wechselwirkung mit der Probe
- Spektrum = Häufigkeitsverteilung über Energieverlust der  $e^-$
- Zero-loss peak  
→ keine Wechselwirkung
- Maxima = Absorptionskanten
- Intensität sinkt stark mit Energie  
→ Nachverstärkung ab  $\sim 100\text{eV}$   
→ empfindlich für niedrige  $Z$





## 3.3 Gegenüberstellung EELS – EDS

### EELS

Hohe Empfindlichkeit für kleine Z

Energie-Auflösung = 0,3-2 eV  
→ Feinstruktur der Orbitale

Chemische Zusammensetzung

Quantifizierung  $< \pm 10$  at%

hohe Ausbeute und  
hohes Signal-Rausch-Verhältnis  
→ effizientes Mapping

Schneller, komplexere Auswertung

### EDS

Hohe Empfindlichkeit für hohe Z  
 $Z > 10 \rightarrow \text{Na}$

Energie-Auflösung  $> 100$  eV  
→ Signal-Überlappung

Nur elementare Zusammensetzung

Quantifizierung  $< \pm 1$  at%

geringere Ausbeute und  
geringes Signal-Rausch-Verhältnis  
→ ineffizientes Mapping

Langsamer, einfache Auswertung