

MI 2: TEM- and SEM-based material analysis

Chair: E. Langer

Time: Monday 9:30–12:15

Location: EMH 225

Invited Talk

MI 2.1 Mon 9:30 EMH 225

Chemical mapping at the atomic level using energy dispersive X-ray spectroscopy — PETER SCHLOSSMACHER¹, ●BERT FREITAG¹, DMITRI KLENOV¹, ADRIAN D ALFONSO², and LES ALLEN² — ¹FEI Company, Building AAE, Achtseweg Noord 5, Eindhoven, The Netherlands — ²School of Physics, University of Melbourne, Parkville, Victoria 3010, Australia

We demonstrate chemical mapping at the atomic level using energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) in Cs-corrected scanning transmission electron microscopy (STEM). The combination of the increase in current in an atomic sized probe by probe Cs-correction and the increase in sensitivity of the Super-X detector allows acquisition of such results fast and reliable. Atomic chemical maps of the strontium and titanium sub lattice in SrTiO₃ are obtained in minutes with a high sampling (256*256 pixels). The signal strength is much higher when compared to previously reported results using conventional EDS detectors. Even the GaAs dumbbell of 141 pm distance can be resolved in the chemical EDS map using the Ga and As L and K-edges. Examples on interfaces and complex oxide materials are discussed.

Theoretical Bloch wave simulations are compared with the experimental GaAs results. The simulations for EDS mapping assume that the cross section for X-ray emission is proportional to the total cross section for K or L shell ionization for a detector which samples the full solid angle and all possible energy losses above the ionization threshold.

Invited Talk

MI 2.2 Mon 10:15 EMH 225

Physical foundations of electron diffraction methods in the scanning electron microscope — ●AIMO WINKELMANN — Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik, Halle (Saale)

Electron diffraction techniques like Electron Backscatter Diffraction (EBSD) and Electron Channeling Patterns (ECP) are powerful tools for the crystallographic analysis of materials in the scanning electron microscope (SEM). Pronounced improvements in applications of these methods can be expected with quantitative theoretical and experimental access to the physics of the underlying diffraction processes.

It is demonstrated how the Bloch-wave approach of dynamical electron diffraction theory can be applied for the quantitative simulation of the Kikuchi diffraction patterns observed in EBSD and ECP in the SEM. Analogies are drawn to Kikuchi pattern formation in transmission electron microscopy (TEM). By energy-resolved experimental measurements, the correlations between the energy of the elastically and inelastically scattered electrons and their diffraction effects were investigated. It is shown that quasi-elastic nuclear recoil is a central incoherent process relevant for the formation of Kikuchi patterns. Also, under certain conditions, inelastically scattered electrons in the SEM can show more pronounced diffraction effects than the elastic electrons.

MI 2.3 Mon 11:00 EMH 225

Characterization of thin-film solar cells by means of various scanning electron microscopy methods — ●DANIEL ABOURAS — Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH, Hahn-Meitner-Platz 1, 14109 Berlin, Germany

This contribution gives an overview of the various analysis techniques available in scanning electron microscopy, applied to thin-film solar cells as important contribution for their optimization. Specifically, electron backscatter diffraction (EBSD) and energy-dispersive X-ray spectrometry (EDX) give information on microstructure and elemental distribution, while electron-beam-induced current (EBIC) and cathodoluminescence (CL) measurements provide access to electrical and optoelectronic properties. The combination of EBSD, EDX, EBIC, and CL on identical sample positions enhances the information content of the analysis results substantially. Various examples of such analyses will be given.

MI 2.4 Mon 11:15 EMH 225

Aktuelle Ergebnisse mit den HRTEM JEOL JEM-ARM 200F — ●JÜRGEN HEINDL — JEOL (Germany) GmbH, Oskar-von-Miller-Str. 1a, 85386 Eching

Das JEOL JEM-ARM 200F ist das erste Transmissions-Elektronen-Mikroskop das von Grund auf ausschließlich für den Betrieb mit Korrektoren für die Aberration der Linsen entwickelt wurde. Es können

sowohl die limitierenden Aberrationen im STEM (Scanning Transmission Electron Microscopy) Betrieb (CESCOR) als auch die des Objektivs in der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie (HREM, CETCOR) bzw. beide ausgeglichen werden. Ergänzend kann das System an Stelle der Schottky-Feldemissionskathode mit einer völlig neuartigen kalten Feldemissionsquelle (ColdFEG) mit sehr geringer Energiebreite mit hoher Intensität ausgerüstet werden. Im STEM-Betrieb zeigt die ColdFEG deutlich verbesserte Abbildungsleistungen gegenüber einer Schottky-Quelle, was bei der direkten Abbildung der H-Atome in Yttriumhydrid gezeigt wird. Im HREM-Betrieb ist die ColdFEG anderen Lösungen überlegen, weil die geringe Energiebreite der Primärelektronen unmittelbar auf die Auflösung verbessert. Der Nachteil einer polychromen Beleuchtung entfällt; die Bildergebnisse sind vollumfänglich simulierbar. Ein vollanalytisches JEM-ARM200F zeichnet sich durch den neuen JEOL Centurio-EDX-Detektor aus. Der Centurio-Detektor erreicht seine sehr hohe Empfindlichkeit durch eine aktive Fläche von 100 mm² und einen Raumwinkel von 1 sr. Mit der neuen ColdFEG wird ein Echtzeit-EDX-Mapping an SrTiO₃ und GaAs gezeigt.

MI 2.5 Mon 11:30 EMH 225

Chemical analysis between the mm and atomic scale using silicon drift detectors — ●MEIKEN FALKE, RALF TERBOG, TOBIAS SALGE, SAMUEL SCHELLER, DANIEL GORAN, ULRICH WALDSCHLÄGER, and MARTIN RÖHDE — Bruker Nano GmbH, Schwarzschildstr.12, 12489 Berlin, Germany

Silicon drift detectors (SDDs) were originally developed to avoid the use of liquid nitrogen for cooling X-ray spectrometers during space missions. Now SDDs are about to revolutionize energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), since they provide fast and robust readout of high X-ray input count rates with superb energy resolution, particularly at the low energy end, enabling the detection and quantification of even light elements such as Boron. SDDs are used for chemical analysis in integrated multiple detector solutions as well as in powerful stand-alone systems for standard and aberration corrected transmission (TEM) and scanning electron microscopy (SEM). The speed of data acquisition and analysis can be combined with other techniques giving crystallographic information or higher energy resolution, such as EBSD on SEM and EELS on TEM. Furthermore, fast EDS data acquisition for tomography and the respective reconstruction of element compositions in 3D are reality now. We want to explain the SDD technology and show data achieved so far, which provide a vision for future possibilities.

MI 2.6 Mon 11:45 EMH 225

Characterization of novel capacitors for energy storage on the basis of 0-3 composites — ●JENS GLENNEBERG¹, ALEXANDRA BUCHSTEINER¹, MANDY ZENKNER¹, THOMAS GROSSMANN¹, CLAUDIA ERHARDT¹, STEFAN G. EBBINGHAUS¹, MARTIN DIESTELHORST¹, SEBASTIAN LEMM¹, WOLFRAM MÜNCHGESANG¹, HORST BEIGE¹, GERALD WAGNER^{1,2}, and HARTMUT S. LEIPNER¹ — ¹Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg — ²Universität Leipzig

Thin film capacitors with high energy densities represent an alternative solution for energy storage issues. Their advantages are quick charging and discharging times, combined with long lifetimes as well as high robustness associated with nearly no maintenance. The capacitors under development are realized by embedding nano-particles of different perovskites (BaTiO₃, Ba(Ti,Ge)O₃, CaCu₃Ti₄O₁₂) into either an organic or inorganic matrix (0-3-composite). Depending on the applied matrix, the perovskite particles are coated with a specific surfactant in order to achieve a uniform distribution. The distribution as well as the size of the perovskites-particles determines the electrical properties of the capacitor dielectrics. In order to investigate the microstructure, the nano-particles and the surrounding matrix are imaged by environmental scanning electron microscopy (ESEM) in both secondary electron contrast (SE) and backscattered electron contrast (BSE) as well as by transmission electron microscopy (TEM). To acquire compositional information, additional energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) has been carried out.

MI 2.7 Mon 12:00 EMH 225

Oberflächenanalytik für die Untersuchung tribologischer Prozesse wie Verschleiß, Grenzschichtformierung und Schmierstoffdegradation molekularer Schmierstoffe mittels ToF-SIMS an realen tribologischen Systemen — •ULLRICH GUNST
— Westfälische Wilhelms-Universität Münster

Die Eigenschaften tribologischer Systeme werden zu einem wesentlichen Teil durch Struktur und Zusammensetzung ihrer Systembestandteile bestimmt, insbesondere durch die Eigenschaften der wechselwirkenden Oberflächen, molekularen Strukturen und Grenzflächen. Die Gebrauchsdauer und die Entwicklung des Betriebsverhaltens von tribologischen Systemen hängen stark von den Änderungen dieser Zusammensetzungen und Strukturen ab. Die oberflächenanalytische Me-

thode der Time-of-Flight SIMS verfügt über eine ganze Anzahl von Betriebsmoden, um Zugang zu diesen Zusammensetzungen und Strukturen zu erhalten sowie die Änderung tribologischer Systemeigenschaften und die verknüpften tribologischen Prozesse zu erforschen. Der Einsatz komplementärer oberflächenanalytischer Methoden (XPS, TEM etc.) liefert weitere wertvolle analytische Informationen zum Status und zur Entwicklung von atomaren und molekularen Zusammensetzungen als auch Strukturen tribologischer Systemoberflächen mit deren Betriebszeit. Der Beitrag zeigt den Einsatz und Ergebnisse oberflächenanalytischer Methoden - insbesondere der ToF-SIMS - zur Charakterisierung von Systemoberflächen, tribologischer Vorgänge und der Korrelation dieser zum Betriebsverhalten am Beispiel fettgeschmierter schnelllaufender Wälzlager bei Variation der verwendeten Schmierfette auf.