

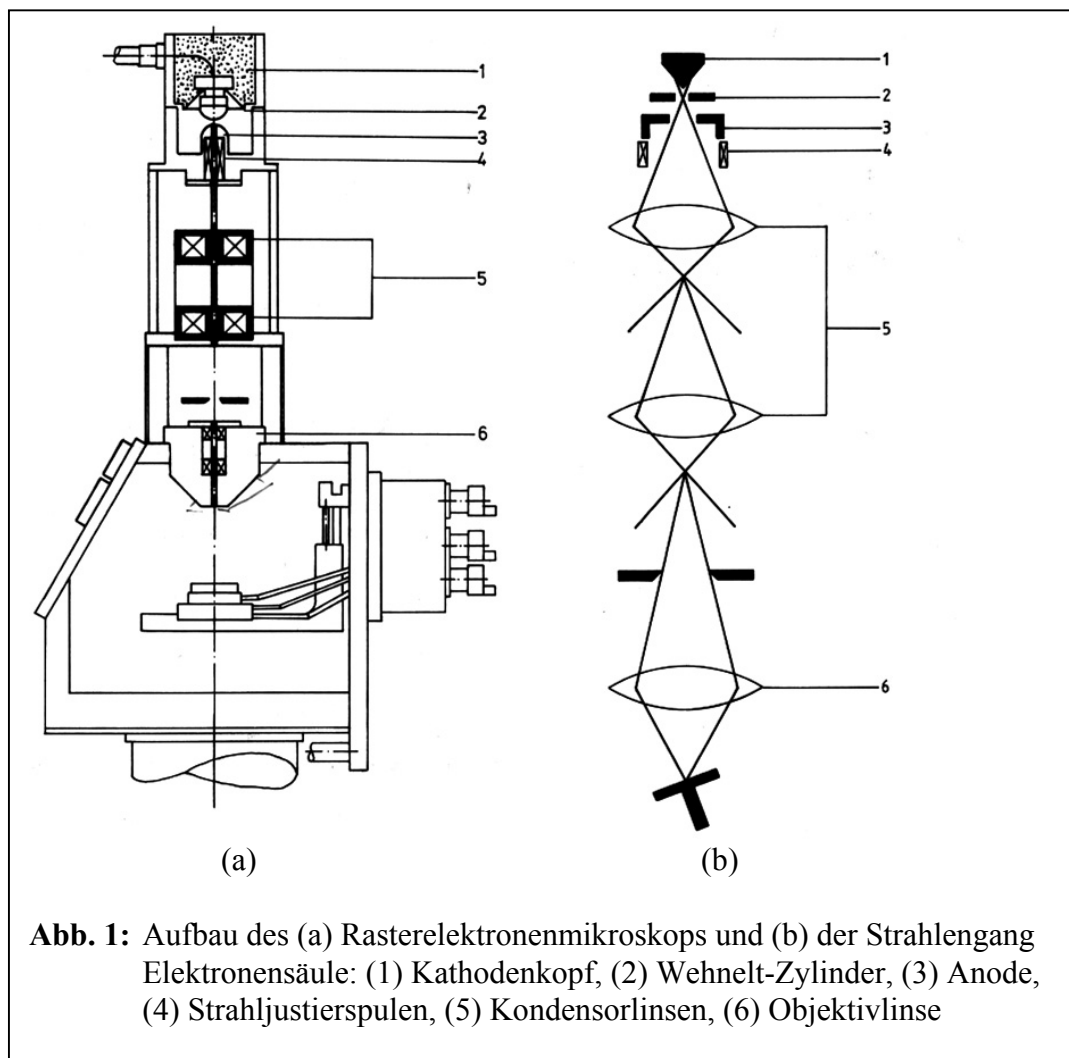
Kristallographisches Praktikum I

Versuch E2: Rasterelektronenmikroskopie

1. Prinzip des Rasterelektronenmikroskops (REM)

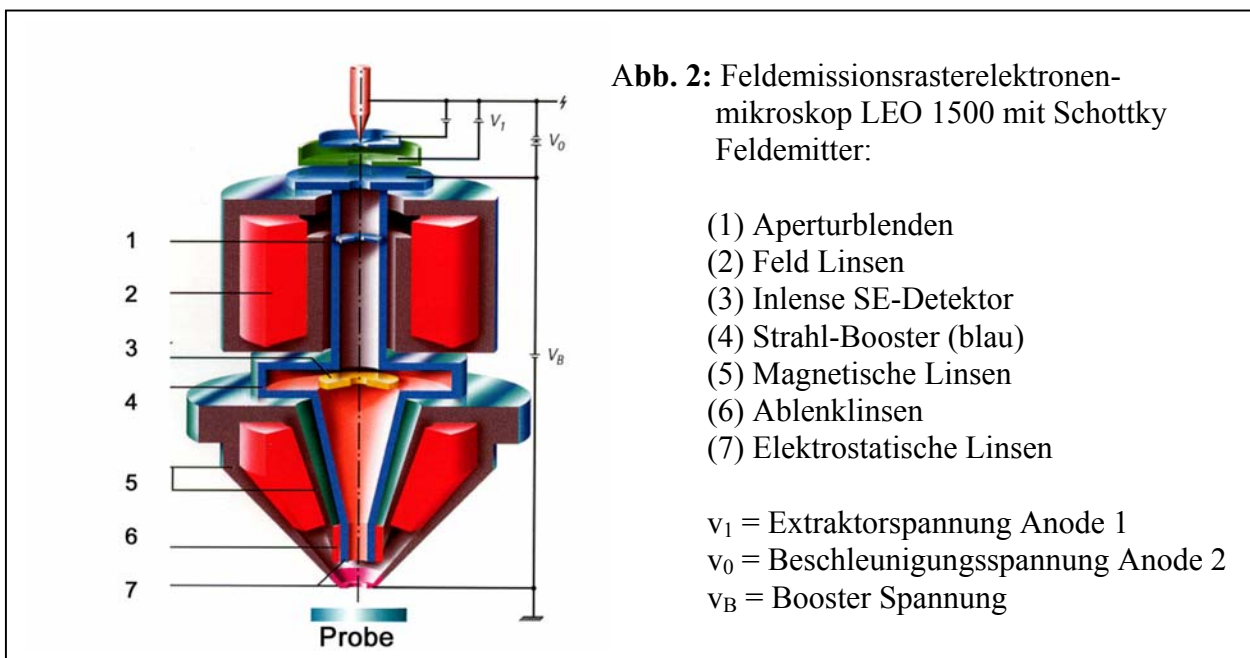
Ein fein gebündelter Elektronenstrahl wird in einem Raster Punkt für Punkt über die Probe geführt und löst an jedem Punkt auf der Oberfläche verschiedene Signale aus, die mit geeigneten Detektoren empfangen und ausgewertet werden. Die Gesamtheit der abgerasterten Punkte erzeugt eine Abbildung des abgerasterten Feldes auf dem Bildschirm.

Abb. 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau (Abb.1a) sowie den Strahlengang eines konventionellen Rasterelektronenmikroskops (Abb.1b). Mit einer Wolfram-Glühkathode werden im Wehnelt-Zylinder Elektronen erzeugt und zu einer gesättigten Elektronenwolke konzentriert.



Durch Anlegen der Hochspannung zwischen Kathode und Anode (1 - 30 KeV) werden Elektronen als Strahl aus der Elektronenwolke herausgezogen und durch die "Elektronenoptik" (=elektromagnetische Linsen) auf die Probe in der Probenkammer (Hochvakuum) fokussiert.

In Abb.2 ist der Aufbau eines Feldemissionsrasterelektronenmikroskops (FE-REM) gezeigt. Hier werden die Elektronen in einem Hochvakuum durch den Feldeffekt aus einem sehr kleinen Gebiet des Schottky-Feldemitters ("heiße" Feldemission, W/ZrO) emittiert. Dies ergibt einen sehr kleinen virtuellen Quellpunkt der die Voraussetzung für die hohe Auflösung von 1,5 nm bei 20 kV ist.



Im Strahlbooster (4) wird der Elektronenstrahl immer auf einem optimalen Potential von 8 kV geführt. Erst in der Objektivlinse werden die Elektronen auf den gewünschten Wert, z. B. 1 kV, gebremst. Es resultiert eine hohe Auflösung bei reduzierter Störanfälligkeit gegenüber externen Feldern. Eine weitere Besonderheit stellt der Sekundärelektronendetektor (3) dar, der innerhalb des Linsensystems angebracht ist ("Inlense"). Hierdurch können auch bei Beschleunigungsspannungen von < 1 kV noch ausreichend SE-Elektronen für eine gute Abbildung auf den Detektor gelangen.

Ein Scangenerator bewegt den Elektronenstrahl Punkt für Punkt über die Probe, wie in Abb. 3 dargestellt. Die Signale werden verstärkt und über eine digitale Videoverarbeitung auf dem Bildschirm dargestellt.

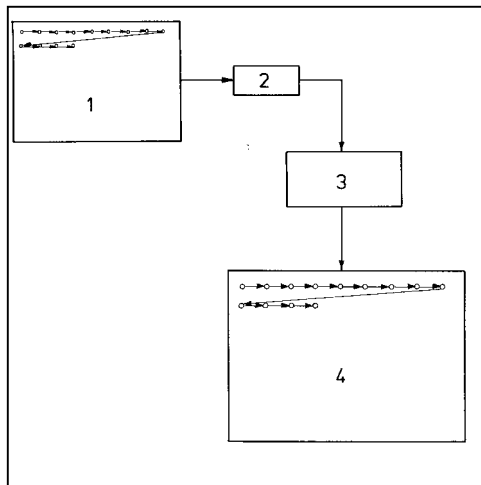


Abb. 3: Bildentstehung im REM

- 1 Präparatoberfläche wird punktwise abgerastert
- 2 Detektion und Verstärkung der Signale
- 3 digitale Videoverarbeitung
- 4 Bildschirmdarstellung

Dabei wird eine Vergrößerung dadurch erreicht, dass die Größe des Rasterfeldes bei konstanter Monitorgröße und Anzahl der Messpunkte verkleinert wird (Abb. 4).

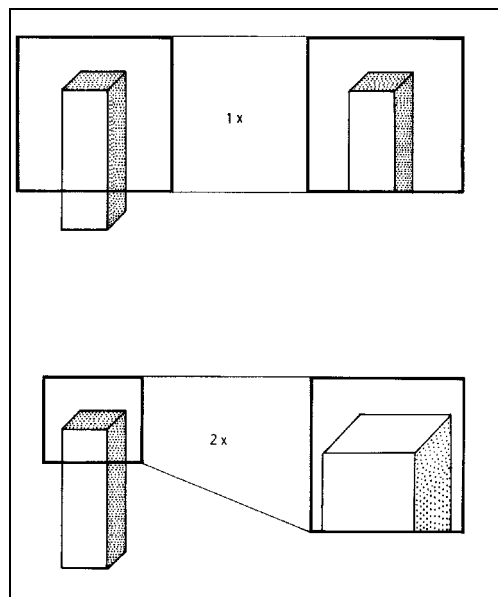


Abb. 4: Prinzip der Vergrößerung im REM:

Verkleinerung der Rasterfläche bei gleichbleibender Anzahl der Messpunkte

Bei der Wechselwirkung des Primärelektronenstrahls mit Materie entstehen eine Reihe verschiedener Signale (Abb. 5):

1. Sekundärelektronen (SE) aus der obersten Objektschicht
2. Rückstreuielektronen (backscattered electrons, BSE) aus größerer Tiefe
3. Kathodolumineszenz (CL) bei lumineszierenden Proben, z. B. Verbindungshalbleitern
4. Röntgenstrahlen: charakteristische Strahlung wird zur qualitativen und quantitativen Elementanalyse verwendet (energy dispersive X-ray analysis, EDX)

5. Electron beam induced current (EBIC): bei Halbleitermaterialien erfolgt durch den Primärelektronenstrahl eine Ladungstrennung
6. Absorption von Elektronen (SC), die als Strom nach der Gerätemasse abgeleitet werden
7. Selected Area channeling Pattern (SACP): Elektronenbeugungsmuster können zur Ermittlung der Orientierung verwendet werden

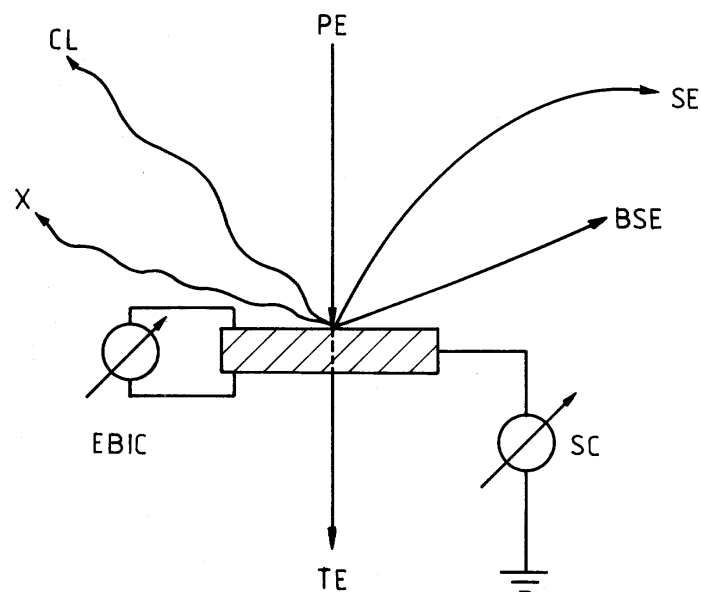


Abb. 5: Verschiedene Signale, die durch den Primärelektronenstrahl (PE) verursacht werden: SE = Sekundärelektronen, BSE = Rückstreuerelektronen, CL = Kathodolumineszenz, X = Röntgenstrahlen (energy dispersive X-ray analysis, EDX), EBIC = electron beam induced current, SC = Absorption von Elektronen, die als Strom nach der Gerätemasse abgeleitet werden, TE = transmittierte Elektronen (dünne Proben)

2. Energiedispersive Röntgenanalyse, EDX

Wie oben dargestellt, entsteht bei der Wechselwirkung von Elektronenstrahl und Materie auch Röntgenstrahlung. Abb. 6 zeigt schematisch die Entstehung des charakteristischen Linienspektrums, dessen energetische Lage für die qualitative Analyse und dessen Intensität für die quantitative Analyse verwendet wird. Wenn ein Elektron aus einer inneren Schale herausgeschlagen wird (Tiefenionisation), wird die entstandene Lücke durch ein Elektron

einer äußeren Schale wieder aufgefüllt. Dabei wird ein Röntgenquant mit der Differenzenergie der beiden Schalen emittiert. Die Benennung erfolgt nach der Schale, in die das Elektron fällt: K, L, M. Mit griechischen Indizes wird die Herkunft aus verschiedenen höheren Schalen unterschieden:

- K_{α} ist der Übergang von der L-Schale in die K-Schale und
- K_{β} ist der Übergang von der M-Schale in die K-Schale usw.

Wegen der weiteren Unterteilung der Schalen (Nebenquantenzahlen) sind mehrere Übergänge pro Schale (Hauptquantenzahl) möglich, die durch eine Nummerierung unterschieden werden: $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$. Dabei ergeben sich die Intensitätsunterschiede aus der statistischen Wahrscheinlichkeit, z.B. $K_{\alpha 1} : K_{\alpha 2} \sim 2 : 1$. Jedoch sind nicht alle denkbaren Übergänge aufgrund der Auswahlregeln erlaubt. Für Details s. Brümmer 1980 oder Lehrbücher der Atomphysik.

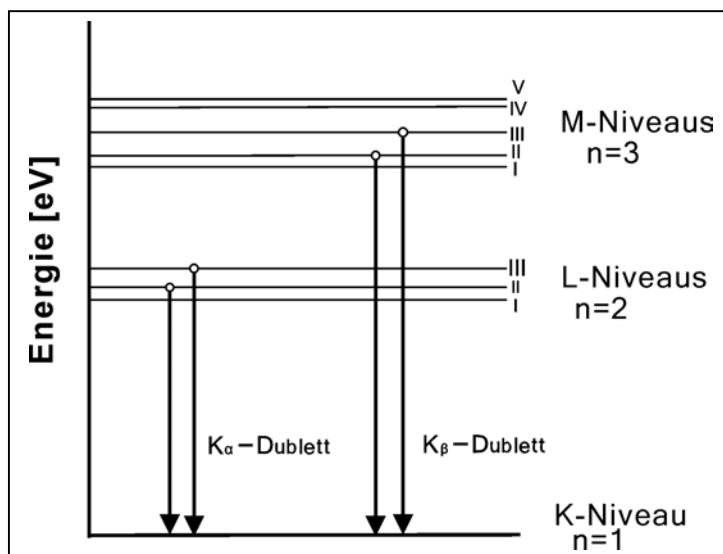


Abb. 6: Entstehung der charakteristischen Röntgenstrahlung, erlaubte Übergänge

Die charakteristische Röntgenstrahlung kann entweder durch Beugung an einem Kristall wellenlängendispersiv (WDX) oder mittels Halbleiterdetektor energiedispersiv (EDX) analysiert werden. Ein klassischer EDX-Detektor besteht aus einer Si-Diode, die in Sperrichtung geschaltet ist. Die p-n-Gebiete sind durch ein eigenleitendes Gebiet (intrinsisches oder i-Gebiet) getrennt, das durch Eindiffusion von Li hergestellt wird ("Li-gedriftetes Si"). Hier herrscht bei angelegter Spannung eine konstante Feldstärke. Ein Strom kann nur fließen, wenn Ladungsträger durch das Abbremsen eines Röntgenquants erzeugt werden. Ein Röntgenquant erzeugt somit einen außerordentlich niedrigen Impuls, der in einem Vorverstärker

elektronisch verstärkt werden muss. Im Analog-Digitalwandler wird die Höhe der Impulse in eine digitale Größe umgewandelt und in einem Vielkanalanalysator sortiert. Das Ergebnis ist ein Linienspektrum wie in Abb. 7 für Gallium dargestellt. Die $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linien liegen mit 9,251 und 9,234 keV so dicht zusammen, dass sie vom Detektor nicht getrennt werden können. Ähnlich verhält es sich für die beiden K_{β} -Linien bei 10,2 keV und den L-Serie bei 1 keV.

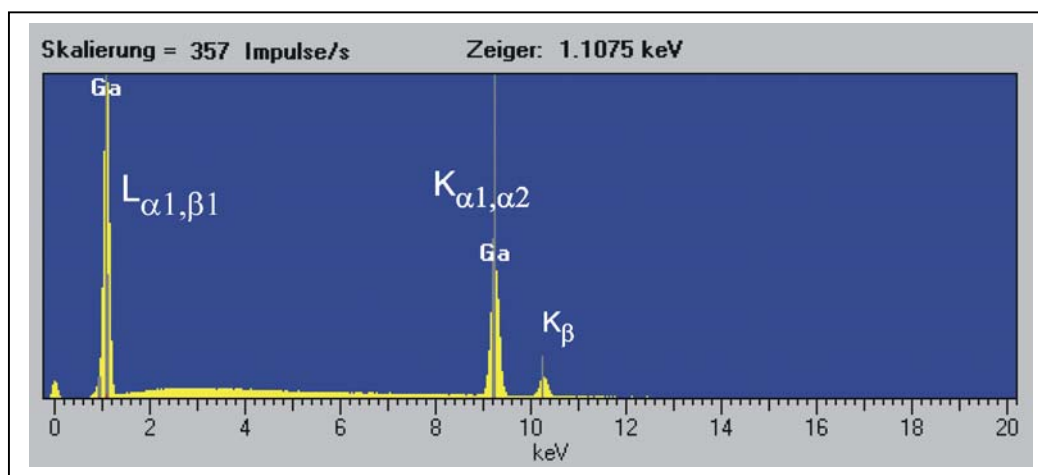


Abb. 7: EDX-Spektrum von Ga

Für eine eindeutige Bestimmung der Elemente einer Probe müssen daher alle Linien einer Serie und im richtigen Intensitätsverhältnis gemessen werden.

Für die quantitative Analyse wird nach einer Untergrundkorrektur und Peakentfaltung die sogenannte ZAF-Korrektur berechnet:

Z = Ordnungszahl

A = Absorption

F = Fluoreszenz

Als Grundlage dienen selber aufgenommene Standardspektren oder Spektren aus der Elementbibliothek. Für Details s. z.B. Brümmer 1980.

Eine quantitative Analyse erfordert große Sorgfalt. Mögliche Fehlerquellen sind z.B.:

- identische Beschaffenheit und Präparation von Standards und Proben (Politur)
- identische Aufnahmebedingungen (REM-Parameter wie Beschleunigungsspannung,

Strahlstrom, Arbeitsabstand, Zählzeit etc.)

- inhomogene Proben

3. Betriebsanleitung

3.1 Grundbetrieb REM, DSM 960

WICHTIG: Proben und Probenhalter nie mit den Fingern berühren. Immer staubfrei Handschuhe verwenden!

Die gereinigten und staubfreien Proben werden mit möglichst wenig Leitkohlenstoff bzw. Leitsilber oder Leitgold auf Aluminiumprobenteller geklebt. Hierbei ist zu beachten, dass mit möglichst wenig Kleber ein guter elektrischer Kontakt erhalten wird. Nach ca. 12 Stunden Trockenzeit in der Reinwerkbank (staubfrei!) können gut leitfähige Proben direkt, schlecht leitende Proben nach bedampfen mit Gold oder Kohlenstoff in die Probenkammer des REM eingebaut werden.

WICHTIG:

Betriebsnahme nur nach Einweisung und Anleitung Zeiss DSM 960

N₂-Ventil zum Belüften der Probenkammer öffnen. Mit Schlüssel (Stellung 2) Gerät einschalten (Pumpe läuft sofort an). Zum Einbau der Proben wird die Probenkammer belüftet ("vent", s. Anleitung Zeiss DSM 960). Ist Normaldruck erreicht, lässt sich die Probenkammer **leicht** öffnen. Keine Gewalt anwenden ! Probenteller fixieren und auf guten elektrischen Kontakt achten. Probentisch absenken, damit beim Schließen der Probenkammer der BSE-Detektor nicht beschädigt wird. Abpumpen "evac", nach Anleitung Zeiss DSM 960.

Ist das Betriebsvakuum erreicht, erfolgt die Freigabe der Bedienungskonsole. Beschleunigungsspannung auf 1 kV einstellen, Kathodenheizung und Beschleunigungsspannung einschalten. Es erscheint ein Bild (Vergrößerung 100x) im TV-Modus auf dem Bildschirm. Schrittweise gewünschte Beschleunigungsspannung einstellen:

- < 10 kV für empfindliche und schlecht leitende Proben
- 20 kV Standard und EDX-Messungen
- > 20 kV für Hochauflösung und sehr gut leitende Proben

Für die gewünschte Beschleunigungsspannung können im Hilfemodus "Emission Image" die Sättigung der Heizung und die Feinzentrierung des Elektronenstrahles überprüft

und eingestellt werden (s. Anleitung Zeiss DSM 960). Der Strahlstrom muss insbesondere für EDX-Messungen auf 70 μA eingestellt werden. Für den Heizstrom ergeben sich je nach Alter und Zustand der Kathode Werte von 3,2 - 3,5 A.

WICHTIG: Vorsicht beim Einstellen des Arbeitsabstandes! Nur in kleinen Schritten Probentisch nach oben drehen und **immer** scharf fokussieren, da die Anzeige "Arbeitsabstand" nicht mechanisch gemessen sondern aus der Lage des Fokus des Elektronenstrahls berechnet wird. Ansonsten besteht die Gefahr, den BSE-Detektor zu beschädigen.

Arbeitsabstand für EDX: 25 mm

Arbeitsabstand für Hochauflösung: 10 - 5 mm

Arbeitsabstand Channeling Pattern: 5 - 8 mm

Für scharfe Bilder müssen je nach Probenbeschaffenheit und Vergrößerung Fokus, Durchmesser des Elektronenstrahles, Scan-Geschwindigkeit, Aperturblende, Stigmator etc. Nach Anleitung eingestellt werden.

Bei Proben, die starke Aufladungen zeigen, ist es oft sinnvoll im BSE- bzw. Pseudo-BSE-Modus zu arbeiten, bzw. die SE- und BSE-Signale zu mischen.

Abschalten des Gerätes:

Beschleunigungsspannung schrittweise auf 1 kV zurückstellen und dann ausschalten. Heizstrom ausschalten. Nach Belüften der Probenkammer Proben ausbauen, Probenkammer schließen und ca. 1 Min. evakuieren. Mit Schlüssel Gerät ausschalten und N_2 -Ventil schließen.

3.2 Qualitative und quantitative Analyse der Röntgenstrahlung

Hierzu müssen für Einzelheiten die Anleitungen von LINK/Oxford benutzt werden. Prinzipiell wird wie folgt vorgegangen:

Grundeinstellung REM:	Beschleunigungsspannung	20 kV
	Strahlstrom	70 μ A
	Arbeitsabstand	25 mm

a) qualitative Analyse:

Spotmessungen können nur an gut leitenden und stabilen Proben vorgenommen werden. Die Benutzung des reduzierten, beweglichen Fensters wird empfohlen. Es wird auf den Probenort gelegt, an dem die Analyse erfolgen soll. Zählzeit starten. 100 Sek. effektive Zählzeit sind vorgegeben. Je nach Totzeit des Detektors erhöht sich jedoch die tatsächliche Zählzeit. Die Totzeit des Detektors muss mit Hilfe der Einstellung des Strahldurchmessers auf ca. 20 % eingestellt werden (Coarse erzeugt durch größeren Primärelektronenstrahl mehr Röntgenquanten und erhöht damit die Totzeit des Detektors). Die Messung kann jederzeit abgebrochen werden.

b) quantitative Elementanalyse:

Hierzu muss sich zusätzlich zur Probe der Cu-Standard für die Kalibration in der Probenkammer befinden. Er dient zur Kalibration der Energieachse, die einmal pro Stunde durchgeführt werden sollte. Es folgt die Aufnahme des Probenspektrums unter gleichen Bedingungen, wie die der Referenzspektren. Es können auch Spektren aus der Elementbibliothek verwendet werden, was jedoch zu einem schlechteren Ergebnis führt. Wichtig ist die Auswahl geeigneter charakteristischer Röntgenlinien für die ZAF-Auswertung (dieselben für Standard- und Probenspektrum, meist die intensivsten Linien).

3.3 DSM 969: Selected Area Channelling Pattern, SACP:

Geräteinstellung REM:	Beschleunigungsspannung	20 - 30 kV
	Strahlstrom	70 μ A
	Arbeitsabstand	5 - 8 mm
	BSE-Modus	

Die Proben müssen eine sehr gut polierte Oberfläche aufweisen. Zur Bestimmung der Fehlortierung steht ein Goniometer zur Verfügung.

4. Anforderungen für das Kollog und Aufgabenstellung:

A. Theorie

- Erzeugung eines Elektronenstrahls (Glühkathode/Feldemission, Wehneltzylinder, Elektronenoptik)
- Wechselwirkung eines Elektronenstrahls mit Materie (Sekundärelektronen, Rückstreuung, Charakteristische Röntgenstrahlung, EBIC, Kathodolumineszenz, Channelling Pattern etc.)
- Kontrastmechanismen, Vergrößerung, Schärfentiefe
- Detektoren
- Probleme der Hochauflösung
- Quantitative EDX-Analyse, ZAF-Korrektur
- Auf Wunsch Symmetriestimmung mittels Selected Area Channeling-Pattern (SACP)
- Probenpräparation (Bedampfen, Sputtern).

B. Praktische Arbeiten (s. Anleitung)

Teil 1: -Probenpräparation

-Morphologie einer unbehandelten Halbleiterprobe (Vergrößerung ca. 3000-5000 fach)

- Morphologie einer sehr gut leitenden Probe (Gold bedampft, Vergrößerung ca. 50.000 – 100.000fach)

Teil 2: - qualitative und quantitative EDX-Analyse ternärer Verbindungen (Aufnahme der Standards, Spot-Messung, Line-Scan, Mapping, z.B. an (Ga,Al)Sb)

C. Ablauf:

- a) Antrittskollog (s. Theorie) nach Vereinbarung
- b) Praktische Arbeiten ca. 2 - 3 Tage nach Vereinbarung
- c) Protokoll mit Abbildungen

4. Literatur

L. Reimer, G. Pfefferkorn: "Rasterelektronenmikroskopie", Springer 1977

O. Brümmer: "Mikroanalyse mit Elektronen- und Ionensonden", VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1980

D. Cherns: "Evaluation of Advanced Semiconductor Materials by Electron Microscopy", Plenum Press 1989

H. R. Wenk (Ed.): "Electron Microscopy in Mineralogy", Springer Verlag 1976

L. Reimer: "Scanning Electron Microscopy", Springer 1983

L. Reimer: "Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden", Springer 1967

Schmidt, Peter Fritz

Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse / Peter Fritz Schmidt - Renningen-Malmsheim : Expert-Verlag, 1994 (Kontakt & Studium ; 444 : Meßtechnik)

D. Newbury et al.: "Advanced Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", Plenum Press 1987

Joy et al.: "Electron Channeling Pattern in the Scanning Electron Microscope", J. Appl. Phys. Vol 53, No 8 (1982) 439 - 461

U. Holzhäuser: "Charakterisierung von Einkristallen mittels Electron Channeling Pattern", Diplomarbeit Universität Freiburg 1992

Flegler, Heckmann, Klomprens, Elektronenmikroskopie, Spektrum Akademischer Verlag Berlin und Heidelberg, 1993

und Handbuch Zeiss DSM 960

sowie: [Grundlagen der Raster-Elektronenmikroskopie](http://www.reclot.de/) <http://www.reclot.de/>