

# Mikroskopie mit Elektronen<sup>1</sup>

Manfred Thomann

18.12.2005

<sup>1</sup>Ich danke Klaudia Herbst und Sven-Marten Czerwonka für die Unterstützung beim Lernen.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Raster Elektronen Mikroskopie</b>	<b>1</b>
1.1	Grundlagen . . . . .	1
1.1.1	Energien . . . . .	1
1.1.2	Was wird detektiert . . . . .	1
1.2	Instrumente . . . . .	2
1.2.1	Aufbau . . . . .	2
1.2.2	Detektoren . . . . .	3
1.3	Kontrast . . . . .	3
1.4	Spezielle Methoden für Halbleiter . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Röntgenspektrogrammanalyse</b>	<b>5</b>
2.1	Grundlagen . . . . .	5
2.1.1	Entstehung des Röntgenspektrums . . . . .	5
2.2	Instrumente . . . . .	6
2.2.1	Aufbau . . . . .	6
2.3	Aufnahmemodi . . . . .	6
2.3.1	Wellenlängen Dispersion Spektrum WDS . . . . .	6
2.3.2	Energie Dispersion Spektrum EDS . . . . .	6
<b>3</b>	<b>Augerelektronen Mikroskopie</b>	<b>7</b>
3.1	Grundlagen . . . . .	7
3.1.1	Was sind Augerelektronen . . . . .	7
3.1.2	Bedingungen an Probe und Gerät . . . . .	7
3.2	Instrumente . . . . .	7
3.2.1	Aufbau . . . . .	7
3.2.2	Analysator . . . . .	8
3.3	Messung . . . . .	8
3.3.1	Was sieht man . . . . .	8

3.3.2	Spektren . . . . .	9
3.3.3	Tiefenanalyse . . . . .	10
3.4	Zusammenfassung . . . . .	10
<b>4</b>	<b>Secondary Ion Mass Spectrometry</b>	<b>11</b>
4.1	Grundlagen . . . . .	11
4.1.1	Erzeugung von sekundären Ionen . . . . .	11
4.2	Instrumente . . . . .	11
4.2.1	Ionenquellen . . . . .	11
4.2.2	Analysator . . . . .	11
4.3	Messung . . . . .	13
4.3.1	Was sieht man . . . . .	13
4.3.2	Static SIMS . . . . .	13
4.3.3	Time of flight . . . . .	13
4.3.4	Dynamic SIMS . . . . .	13
4.3.5	Aufladungseffekte . . . . .	13
4.4	Zusammenfassung . . . . .	14
<b>5</b>	<b>Transmission Elektronen Mikroskopie</b>	<b>15</b>
5.1	Grundlagen . . . . .	15
5.1.1	Energien . . . . .	15
5.1.2	Was wird detektiert . . . . .	15
5.1.3	Kontrast . . . . .	15
5.2	Instrumente . . . . .	17
5.2.1	Aufbau . . . . .	17
5.2.2	Detektoren . . . . .	17
5.3	Beobachtungsmethoden . . . . .	17
5.3.1	Beugungsmuster . . . . .	17
5.3.2	Brightfield . . . . .	17
5.3.3	Darkfield . . . . .	17
5.3.4	High Resolution . . . . .	18
5.3.5	Electron Energy Loss Spectrometry EELS . . . . .	18

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Schematischer Aufbau eines Rastertunnelmikroskops [1] . . . . .	2
1.2	Verschiedene Detektoraufbauten [1] . . . . .	3
2.1	Typisches Röntgenspektrum[1] . . . . .	5
2.2	Schematischer Aufbau für die Aufnahme von Röntgenspektren [1]	6
3.1	Schematischer Aufbau [1] . . . . .	8
3.2	Schematischer Aufbau des Analysators [1] . . . . .	8
3.3	Beispielspektrum [1] . . . . .	9
3.4	Beispielspektrum für differentielle Darstellung [1] . . . . .	9
4.1	Schematischer Aufbau eines Quadrupolfilters [1] . . . . .	12
4.2	Schematische Aufbau eines magnetischen Sektorfeldes [1] . . . . .	12
5.1	Schematischer Aufbau eines TEM [1] . . . . .	16
5.2	Beugungsbilder für Silikoneinkristall und polykristallines Silikon [1] . . . . .	17
5.3	typisches EELS Spektrum [1] . . . . .	18

# Kapitel 1

## Raster Elektronen Mikroskopie

### 1.1 Grundlagen

#### 1.1.1 Energien

Die Elektronen werden mit 2 bis 30 keV beschleunigt und werden dann durch elektromagnetische Linsen fokussiert, üblich sind hierbei Durchmesser um 5 nm.

#### 1.1.2 Was wird detektiert

Beim normalen RTM werden sekundäre Elektronen und zurückgesteuete Elektronen detektiert. Wie man in späteren Kapiteln lesen wird sind mit diesem Aufbau auch andere Messungen möglich, die dann jeweils andere Detektoren benötigen.

#### **Sekundäre Elektronen**

Sekundäre Elektronen haben laut Definition eine Energie von bis zu 50 eV. Sie treten nur aus einem sehr kleinen Bereich aus und ermöglichen daher eine hohe räumliche Auflösung, die durch den Strahldurchmesser begrenzt ist. Die S.E. können aufgrund ihrer niedrigen Energie durch ein niedriges positives Potential von wenigen 100 V zum Detektor geleitet werden.

#### **Zurückgestreute Elektronen**

Zurückgestreute Elektronen haben Energien im Bereich der Primärelektronen und werden daher nicht wie die S.E. abgelenkt, sondern fliegen kegelförmig zurück in Richtung des Primärstrahls. Wieviele Elektronen zurückgestreut wer-

den ist stark abhängig von der Massenzahl, dies ermöglicht einen hohen Materialkontrast.

## 1.2 Instrumente

### 1.2.1 Aufbau

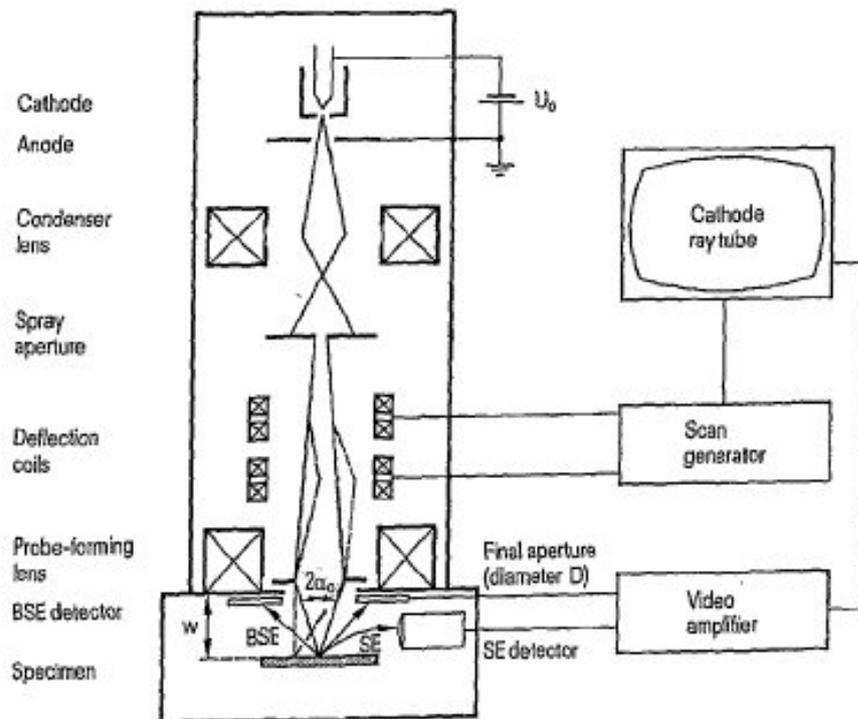


Abbildung 1.1: Schematischer Aufbau eines Rastertunnelmikroskops [1]

Der Elektronenstrahl wird beschleunigt und dann fokussiert. Die Ablenkungsspulen erlauben dann eine Abrasterung der Probe, da der abgelenkte Strahl sich dabei aufweitet wird dieser dann noch einmal fokussiert bevor er die Probe trifft. Die sekundären Elektronen werden über eine geringe positive Spannung zum S.E. Detektor gezogen, während die zurückgestreuten Elektronen unterhalb der letzten Linse detektiert werden.

## 1.2.2 Detektoren

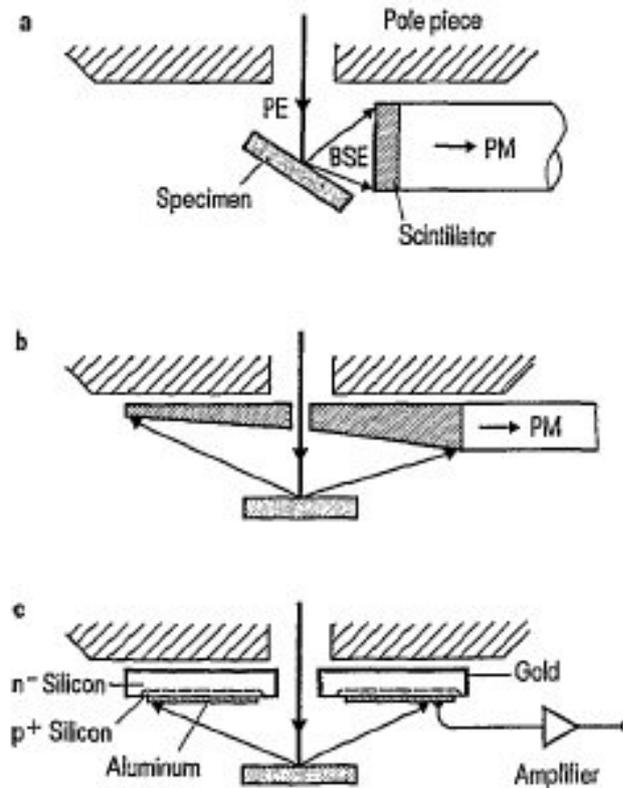


Abbildung 1.2: Verschiedene Detektoraufbauten [1]

Für die S.E. wird ein System von Beschleunigungsgitter, Szintillator und Photomultiplier eingesetzt. Für die zugestreuungselektronen gibt es mehrere Möglichkeiten, üblich sind Halbleiterdetektoren, die um den Primärstrahl angeordnet sind. Das Bild ist damit nicht 3 dimensional.

## 1.3 Kontrast

Durch die seitliche Positionierung des S.E. Detektors entsteht ein 3.dim Bild, da die Elektronen, die auf der dem Detektor abgewandten Seite entstehen schlechter zum Detektor gelangen als Elektronen, die auf der zugewandten Seite entstehen.

## 1.4 Spezielle Methoden für Halbleiter

Bei Halbleitern gibt es zusätzliche Möglichkeiten durch entstehende Elektronen-Loch Paare. Diese Messungen erlauben Rückschlüsse auf Ladungszonen und über die Energielücke zwischen Leitungs- und Valenzband, daher ist diese Methode auch geeignet um Dotierungen zu messen.

Die 1. Methode ist die Kathodenlumineszenz. Dabei werden von den primären Elektronen Elektron-Loch Paare erzeugt, die bei Rekombination Licht erzeugen. Da die Ausbeute sehr gering ist werden die Photonen mit speziellen Spiegeln gesammelt und mittels Photomultiplier detektiert.

Zum zweiten können die Elektron-Loch Paare durch ein elektrisches Feld daran gehindert werden zu Rekombinieren, der dann entstehende Strom - electron beam induced current - kann gemessen werden und gibt auch Aufschluss über Ladungszonen und Energielücke.

## Kapitel 2

# Röntgenspektromanalyse

### 2.1 Grundlagen

#### 2.1.1 Entstehung des Röntgenspektrums

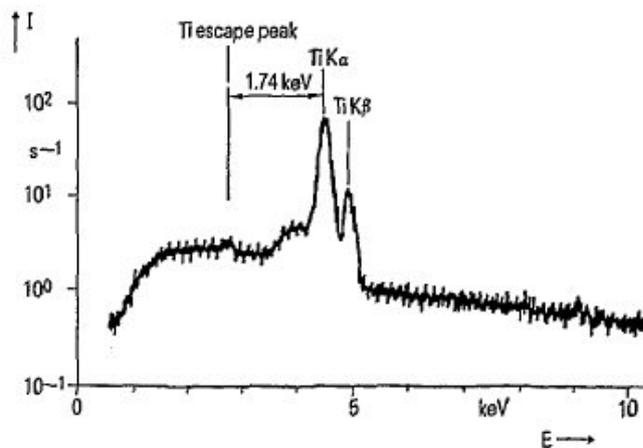


Abbildung 2.1: Typisches Röntgenspektrum[1]

Das aufgenommene Spektrum besteht aus dem Hintergrund der Bremsstrahlung und den materialspezifischen Peaks. Bremsstrahlen entstehen durch Beschleunigung von Elektronen, in diesem Fall durch abbremsen oder ablenken. Die Bremsstrahlung ist materialunabhängig und bildet somit den Hintergrund. Die materialspezifischen Peaks entstehen durch auffüllen von Lücken. Der primäre Elektronenstrahl kann Elektronen aus inneren Schalen herausschlagen, diese Lücken werden von Elektronen höherer Schalen gefüllt. Die dabei frei werdende Energie wird in Form eines Röntgenquants emittiert. Diese Photonen erlauben eine qualitative Aussage über die Probenzusammensetzung. Allerdings sind mit dieser Methode die leichten Elemente nicht zu detektieren.

## 2.2 Instrumente

### 2.2.1 Aufbau

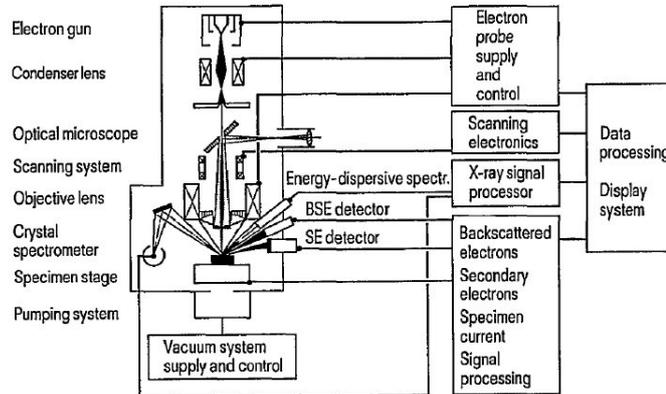


Abbildung 2.2: Schematischer Aufbau für die Aufnahme von Röntgenspektren [1]

## 2.3 Aufnahmemodi

### 2.3.1 Wellenlängen Dispersion Spektrum WDS

Beim WDS werden die Röntgenstrahlen mit Hilfe von bekannten Kristallen analysiert, dieser Kristall ist für eine möglichst große Ausbeute gekrümmt. Die Analyse ist bedingt durch Bragg-Beugung. Für die Aufnahme eines Spektrums sind mehrere Kristalle nötig, da ein Kristall nicht den ganzen Wellenlängenbereich abdeckt. Für die gleichzeitige Analyse mehrerer Wellenlängenbereiche gibt es Mikroskope mit mehreren Analysatoren. Der Vorteil dieser Methode ist die Auflösung, der Nachteil das eine Aufnahme ca. 30 min dauert.

### 2.3.2 Energie Dispersion Spektrum EDS

Beim EDS werden alle Röntgenstrahlen gleichzeitig mit Hilfe eines gekühlten Halbleiterdetektors detektiert. Die Kühlung ist für ein gutes Signal-Rausch Verhältnis nötig. Der Vorteil von EDS ist die Möglichkeit schnell ein Spektrum aufzunehmen, der Nachteil liegt in der im Vergleich zum WDS geringeren Auflösung von ungefähr 140 bis 170 eV. Aufgrund der niedrigen Auflösung, manche Peaks können nicht aufgelöst werden, ist diese Methode gut um interessante Bereiche der Probe zu finden.

# Kapitel 3

## Augerelektronen Mikroskopie

### 3.1 Grundlagen

#### 3.1.1 Was sind Augerelektronen

Augerelektronen entstehen durch die Ionisation eines Atoms. Ein Elektron aus einer tiefen Schale wird herausgeschlagen, woraufhin ein Elektron einer höheren Schale diesen Platz einnimmt. Die dabei freiwerdende Energie erhält ein Elektron aus einer oberen Schale, welches dann das Atom verlässt als Augerelektron. Die Gleichung hierfür lautet:

$$E_{wxy} = E_w - E_x - E'_y$$

Die Energie des  $y$ -Elektrons ist modifiziert, da die Kernladung aufgrund der Ionisation nicht vollkommen abgeschirmt ist.

#### 3.1.2 Bedingungen an Probe und Gerät

Die Probe sollte für ein gutes Ergebnis möglichst eben sein. Weiterhin braucht man für die Aufnahmen ein Ultra-Hochvakuum von  $10^{-7}$  Pascal. Der Energiebereich für Messungen liegt zwischen 50 eV und 10 keV, da hier der Anteil der entstehenden Röntgenstrahlung noch gering ist.

### 3.2 Instrumente

#### 3.2.1 Aufbau

Der Aufbau ist grundsätzlich der des SEM. Die Augerelektronen werden über eine Beschleunigungsspannung von 1 - 10 keV in Richtung Detektor beschleunigt und dort dann detektiert.

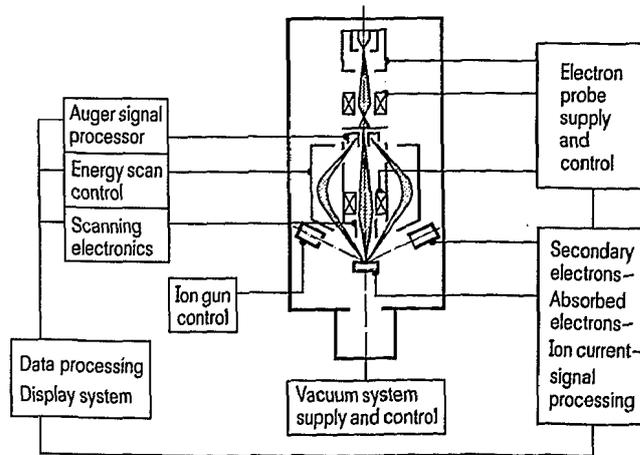


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau [1]

### 3.2.2 Analysator

Der Analysator für Augerelektronen besteht aus 2 Zylindern. Der Äußere liegt auf negativen Potential der Innere auf Erde. Die Einstellung des negativen Potentials bedingt das beobachtbare Energieintervall.

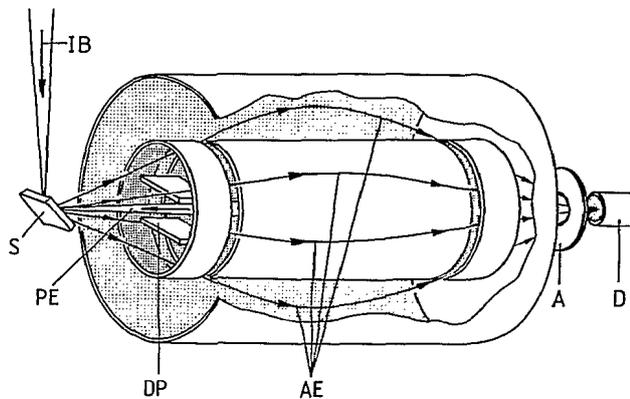


Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau des Analysators [1]

## 3.3 Messung

### 3.3.1 Was sieht man

Hauptsächlich detektiert werden die Übergänge KLL, LMM, MNN. Die Aufnahme selbst ist ein Abbild von einer Dicke von 0,5 bis 5 nm. Da für Augerelektronen eine obere Schale mit mindestens 2 Elektronen benötigt wird, kann man weder

Wasserstoff noch Helium detektieren und Lithium nur als Festkörper, da hier die Leitungselektronen detektiert werden können. Generell ist diese Messung effektiv für leichtere Elemente wie z.B. O, F, C, N, Cl und S.

### 3.3.2 Spektren

Die Spektren, die man erhält sind vergleichbar mit Röntgenspektren. Mit zunehmender Energie steigt der Hintergrundpegel und darauf sieht man elementspezifischen Peaks. Die Hauptpeaks basieren für Atome mit  $Z \leq 14$  auf den Übergang KLL, für Atome mit  $Z \leq 40$  auf LMM und für Atome mit  $Z \geq$  auf MNN. Die Aus-

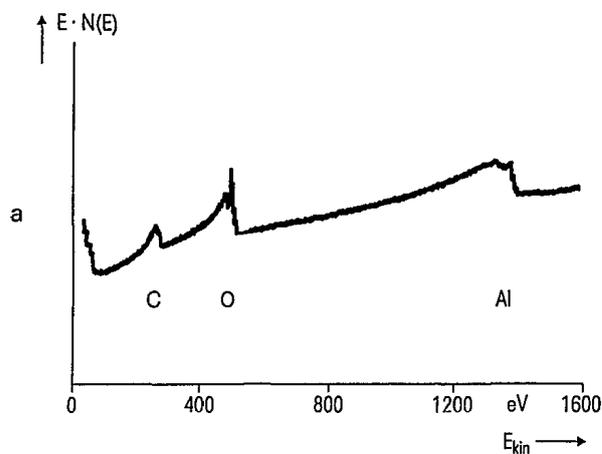


Abbildung 3.3: Beispielspektrum [1]

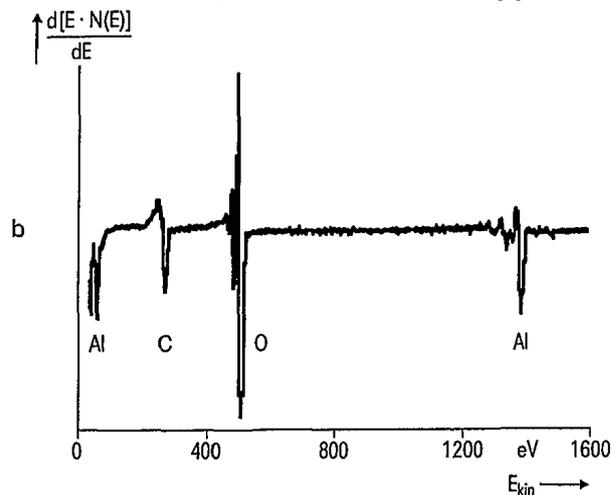


Abbildung 3.4: Beispielspektrum für differentielle Darstellung [1]

wertung des Spektrums erfolgt an Hand von Referenzspektren. Die Spektren bis Kohlenstoff sind dominiert durch einen Peak, danach wird das Spektrum zunehmend komplexer.

### 3.3.3 Tiefenanalyse

Zusätzlich zum Scannen der Oberfläche kann man auch ein Tiefenprofil erstellen, indem man durch Ion Etching die oberen Schichten abträgt. Diese Methode ist dann destruktiv und hat Probleme, die durch das Etching entstehen, z.B. Absorption und Diffusion durch Erwärmung der Probe während des Beschusses und Einschluss von Fremdatomen, z.B. aus der Ionenquelle selbst oder oberer Lagen. Die negativen Einflüsse werden durch ein Messen im Zentrum eines großen Kraters minimiert.

## 3.4 Zusammenfassung

Augerelektronen können parallel zu anderen Messmethoden detektiert werden und ergänzen die X-Ray Analyse. Die Auflösung ist generell höher als bei X-Ray. Es können chem. Bindung im Spektrum detektiert werden, deren Auswertung allerdings nicht trivial ist.

# Kapitel 4

## Secondary Ion Mass Spectrometry

### 4.1 Grundlagen

#### 4.1.1 Erzeugung von sekundären Ionen

Im Gegensatz zu anderen Methoden wird hier die Probe nicht mit Elektronen beschossen sondern mit Ionen, diese lösen Ionen aus der Probe, welche dann mit einem Massenspektrometer detektiert werden.

### 4.2 Instrumente

#### 4.2.1 Ionenquellen

Die Ionenquellen sind für Edelgase und Sauerstoff ein Plasma; Caesiumionen werden über Oberflächenionisation gewonnen. Die Ionenquellen sind in einem Bereich von  $10^{-3}$  Pascal, die eigentliche Messung findet bei  $10^{-7}$  Pascal statt. Der entstehende Ionenstrahl wird durch ein magnetischen Sektorfeld oder einen gekrümmten Wienfilter gereinigt von Fremdatomen und hochenergetischen Neutralatomen.

#### 4.2.2 Analysator

Als Analysator dient entweder ein schneller Quadrupolfilter oder ein genaueres magnetisches Sektorfeld. Der Quadrupolfilter basiert auf der Reaktion geladener Teilchen auf ein hochfrequentes Spannungsfeld, während das magnetische Sektorfeld die Filterung über elektro-magnetische Felder realisiert.

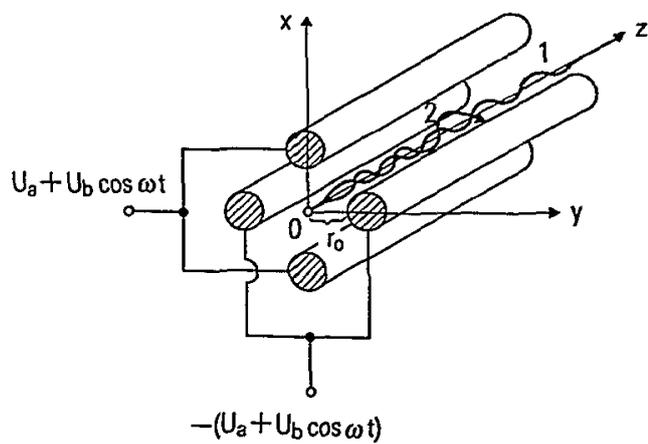


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau eines Quadrupolfilters [1]

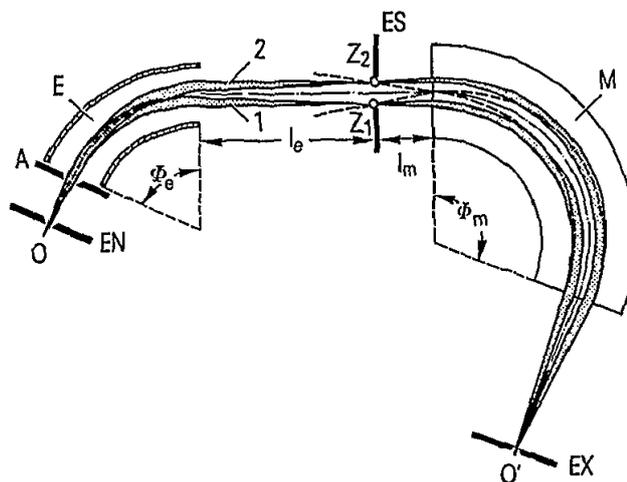


Abbildung 4.2: Schematische Aufbau eines magnetischen Sektorfeldes [1]

## 4.3 Messung

### 4.3.1 Was sieht man

Die Messung mit sekundären Ionen ermöglicht die Detektierung aller Elemente. Da der Beschuss mit Ionen destruktiv ist und die allgemeine Ausbeute unter 5% liegt muss für eine reine Oberflächenanalyse ein sehr großer Bereich von bis zu 10mm<sup>2</sup> beschossen werden. Bei hohen Flüssen und kleinem Strahldurchmesser ist eine Tiefenanalyse der Probe möglich.

### 4.3.2 Static SIMS

Analyseart für Oberflächen, daher niedriger Fluss bei großen Strahldurchmesser.  
Vorteil: Diese Methode ist auch für organische Moleküle geeignet.  
Nachteil: geringe Ortsauflösung

### 4.3.3 Time of flight

Bei dieser Methode wird die Probe mit gepulsten Ionen beschossen. Die freigesetzten Ionen werden beschleunigt und dann die Flugzeit gemessen. Die einzelnen Ionen haben verschiedene Anfangsenergien, die zu unterschiedlichen Flugzeiten führen und damit eine Analyse erlauben.

Vorteil: gut für Oberflächen, gute Ausbeute

Nachteil: nicht für Tiefenanalyse geeignet

### 4.3.4 Dynamic SIMS

Diese Methode verwendet hohe Flüsse bei kleinem Strahldurchmesser. Um eine bessere Tiefenanalyse zu ermöglichen wird der Strahl in einem bestimmten Muster über die Probe bewegt.

Problem: es kann nicht vollständig der Einfluss von Fremdatomen höherer Schichten eliminiert werden

### 4.3.5 Aufladungseffekte

Bei allen Methoden hat man das Problem der Aufladung der Probe und damit einer Verfälschung der Ergebnisse, die durch Verschiebung der Peaks offensichtlich wird. Methoden dies zu korrigieren sind:

- Beim magnetischen Sektorfeld wird der Spalt zwischen E- und B-Feld dementsprechend verschoben
- Beschleunigungsspannung an der Probe wird reguliert
- Bei Beschuss mit positiven Ionen ist ein paralleler Beschuss mit langsamen Elektronen möglich

## 4.4 Zusammenfassung

Mit sekundären Ionen können alle Elemente mit sehr hoher Auflösung detektiert werden. Bei reiner Oberflächenanalyse ist die Auflösung schlecht. Man muss die Probleme durch Aufladung korrigieren.

# Kapitel 5

## Transmission Elektronen Mikroskopie

### 5.1 Grundlagen

#### 5.1.1 Energien

Die Energie der Elektronen liegt bei 100 keV bis zu 1 MeV. Normale TEM haben Energien von wenigen 100 keV, Hochenergie-TEM haben jedoch Energien von mehreren 100 keV bis 1 MeV.

#### 5.1.2 Was wird detektiert

Analog zum RTM können beim TEM zusätzlich zu den transmittierten Elektronen auch sekundäre Elektronen, zurückgestreute Elektronen, Auger Elektronen und Röntgenstrahlung detektiert werden.

#### 5.1.3 Kontrast

Der Kontrast entsteht durch Ablenkung von Elektronen, diese wird durch die Dicke der Probe, durch die Dichte des Materials und durch Bragg Beugung variiert. Um einen guten Kontrast zu erreichen muss die Probe sehr dünn sein, da dadurch die Anzahl der Mehrfachstreuungen abnimmt.

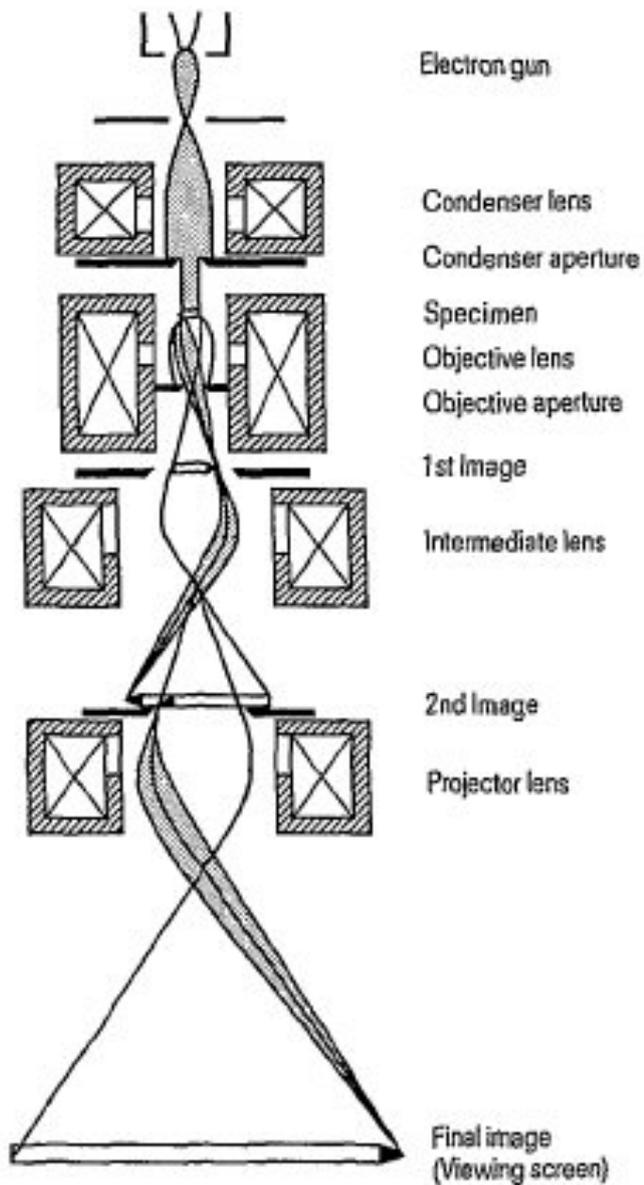


Abbildung 5.1: Schematischer Aufbau eines TEM [1]  
 Der Elektronenstrahl wird mit Linsen fokussiert auf die Probe geschossen und dann mittels Linsen vergrößert. Durch eine Blende hinter der Zwischenlinse kann zwischen Brightfield und Darkfield gewählt werden.

## 5.2 Instrumente

### 5.2.1 Aufbau

### 5.2.2 Detektoren

Für die Detektion kann ein fluoreszierender Schirm oder eine CCD-Kamera benutzt werden.

## 5.3 Beobachtungsmethoden

### 5.3.1 Beugungsmuster

Bei richtiger Einstellung der 1. Linse kann ein Beugungsmuster aufgenommen werden. Dieses gibt Informationen über den Gitteraufbau des Kristalls.

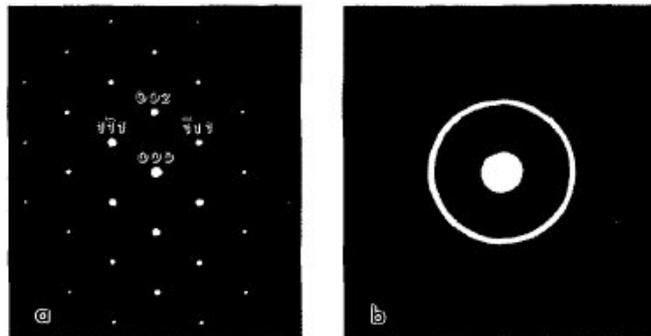


Abbildung 5.2: Beugungsbilder für Silikoneinkristall und polykristallines Silikon [1]

### 5.3.2 Brightfield

Beim Brightfield werden nur die 0. und 1. Ordnung betrachtet und die höheren Ordnungen ausgeblendet. Das entstehende Bild ist hell aber kontrastarm. Im Brightfield sind dichte, dicke Stellen dunkel.

### 5.3.3 Darkfield

Beim Darkfield wird die ersten Ordnungen ausgeblendet. Das entstehende Bild ist kontrastreich aber dunkel.

### 5.3.4 High Resolution

Bei High Resolution TEM werden Brightfield und Darkfield mit Hilfe von Fourieranalysen kombiniert. Diese Methode erreicht atomare Auflösung ist aber aufgrund besonderer Ansprüche an die Probe nur selten möglich.

### 5.3.5 Electron Energy Loss Spectrometry EELS

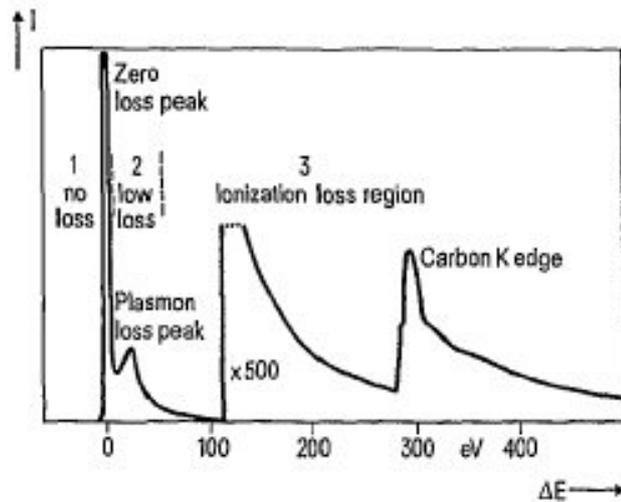


Abbildung 5.3: typisches EELS Spektrum [1]

Bei dieser Methode wird die Energieverteilung detektiert. Die transmittierten Elektronen verlieren elementabhängig Energie, wodurch ein charakteristisches Spektrum, analog zum Auger- oder Röntgenspektrum, entsteht.

# Literaturverzeichnis

- [1] E. Fuchs H. Oppolzer H. Rehme. *Particle Beam Microanalysis*. VCH, 1990.