

## Rasterelektronenmikroskopie (REM) Scanning electron microscopy (SEM)

Skript zum SEM-Praktikum an der ZELMI der TU Berlin

Ort: Zentraleinrichtung Elektronenmikroskopie  
KWT-Gebäude, Sekr. KWT 2, Raum 09

Zeit: 13:00 Uhr

Betreuung: Dr. Dirk Berger  
Ulrich Gernert  
Jörg Nissen  
Iryna Driehorst  
Christoph Fahrenson  
Tel. 314 23 484

Protokollabgabe: dirk.berger@tu-berlin.de

## Inhaltsverzeichnis

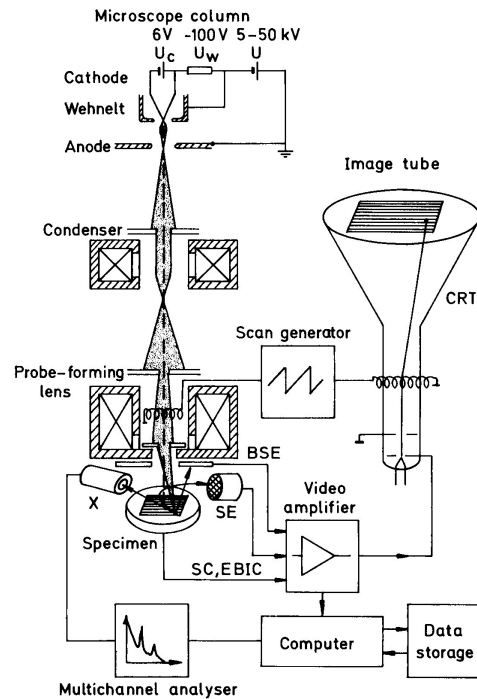
1. Einleitung
2. Apparative Komponenten
  - 2.1. Elektronenquellen
  - 2.2. Elektronenlinsen
  - 2.3. Rastereinheit
  - 2.4. Elektronen-Detektoren
  - 2.5. Bilderstellung
3. Wechselwirkung der Elektronen mit dem Festkörper und Kontrastarten
  - 3.1. Rückstreuerelektronen
  - 3.2. Sekundärelektronen
  - 3.3. Weitere Analysemethoden im SEM
4. Praktischer Teil
5. Literatur

### 1. Einleitung

Im Rasterelektronenmikroskop (SEM) wird die Oberfläche des vergrößert abzubildenden Objekts mit einem fokussierten Elektronenstrahl zeilen- und spaltenweise abgetastet, siehe Abb. 1. Die Wechselwirkungen der Elektronen mit dem Objekt werden dabei zur Erzeugung eines Bildes des Objekts und zur Analyse der Objekt Oberfläche verwendet. Die Aufnahmen mit einem Rasterelektronenmikroskop zeichnen sich durch

- die hohe Schärfentiefe,
- die hohe Auflösung (min. 1 nm) und
- die elementspezifischen Kontraste aus.

Die Grundprinzipien des Rasterelektronenmikroskopes (SEM) wurden im Jahre 1935 von Max Knoll erkannt. Mit dem von ihm entwickelten Gerät, das eine Auflösung von 0,1 mm erreichte, konnte er die Topographie, Orientierung und Materialunterschiede von Kristallen auf einer Oszillographenröhre sichtbar machen. Manfred von Ardenne baute im Jahre 1938 das erste SEM, allerdings für Durchstrahlungsexperimente, das eine höhere Auflösung als ein Lichtmikroskop erreichte. 1964 wurden die ersten kommerziellen SEM von der Firma Cambridge Instruments aus Cambridge in England auf den Markt gebracht. Das erste Gerät aus dieser Zeit in der TUB und in Berlin war das Cambridge Mark II A, Baujahr 1968, welches bis zum Jahre 1992 ununterbrochen im Einsatz war, und welches sich nun im Museum für Verkehr und Technik befindet.



**Abb. 1: Prinzip des SEM**

AUS: L. Reimer, Scanning Electron Microscopy, Springer, 1985

Das Praktikum wird an einem SEM Hitachi S 520 durchgeführt, das aufgrund des verwendeten Wolframdraht-Elektronenemitters und einer Beschleunigungsspannung zwischen 5 und 20 kV als „konventionelles SEM“ bezeichnet wird. Es ist durch eine externe Strahlsteuerung und Signalaufnahme nachträglich digitalisiert worden und entspricht somit dem Stand der Technik konventioneller SEM mit einer Auflösung von 6-8 nm.

Mit der Einführung von Feldemissionskathoden („kalte“ Feldemission oder thermisch unterstützte Schottky-Emission) Ende der 80er Jahre konnte die Auflösung der SEM deutlich gesteigert werden. Moderne SEM mit energie- und winkelselektiver Signaldetektion erreichen eine Auflösung unter 1 nm. Feldemissionskathoden bieten nicht nur den Vorteil feinerer Elektronensonden, sondern ermöglichen darüber hinaus das Arbeiten mit kleineren Beschleunigungsspannungen von 0,1 – 1 keV bei gleichzeitig hohem Strahlstrom. Dadurch werden einerseits die Analyse der direkten Oberfläche und andererseits die Analyse von nicht leitfähigen, unbeschichteten Proben ermöglicht.

Für spezielle Anwendungen gibt es modifizierte SEM. So gibt es für biologische Proben sog. „Environmental SEM“, die mit einem Vakuum von einigen mbar betrieben werden, so dass feuchte Proben analysiert werden können. Für industrielle Anwendungen gibt es einerseits SEMs mit großen Probenkammern z.B. für 12 Zoll-Wafer oder besonders kleine „Table-Top“ Geräte.

Der Einsatzbereich der SEM wird durch vielfältige Zusatzdetektoren erheblich erweitert. Der üblichste Zusatz ist die Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) zur quantitativen Elementanalyse mittels eines energieselektiven Detektors, der die charakteristische Röntgenstrahlung erfasst. Dieses Verfahren wird im EDS-Praktikum eingehend behandelt. Ebenfalls der Elementanalyse dienen die sog. Inlens-Detektoren für die energie- und winkelselektive Signaldetektion. Zur Analyse der Struktur kristalliner Bereiche dient der Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Detektor, der die von kristallinen Proben ausgehenden Kikuchipattern detektiert und analysiert. Vor allem in der Halbleiterindustrie wird die Dotierung von Materialien mittels eines optischen Spektrometers, das die Kathodolumineszenz analysiert, gemessen. Zur Analyse von Proben, die nur einige 100 nm dick sind, kann ein Transmissionsdetektor verwendet werden, der das SEM in ein Scanning Transmission Electronmicroscope (STEM) mit äußerst geringer Beschleunigungsspannung verwandelt. Gerade bei leichten Elementen (Kohlenstoff, Nanotubes, ...) ist jene für kontrastreiche Aufnahmen erforderlich.

Der Anschaffungspreis eines SEMs variiert je nach Zusatzdetektoren und Elektronenquelle zwischen ca. 100 T€ und ca. 1000 T€.

Eine wesentliche Steigerung des Auflösungsvermögens deutlich unter 1 nm ist aus physikalischen Gründen im SEM nicht möglich. Dieser Bereich bleibt den Transmissionselektronenmikroskopen (TEM) vorbehalten, die zudem ganz andere Analysenmöglichkeiten bieten, da sie auf der Erfassung des Phasenkontrasts beruhen. Dieses wird im TEM-Praktikum eingehend behandelt.

## 2. Apparative Komponenten

### 2.1. Elektronenquellen

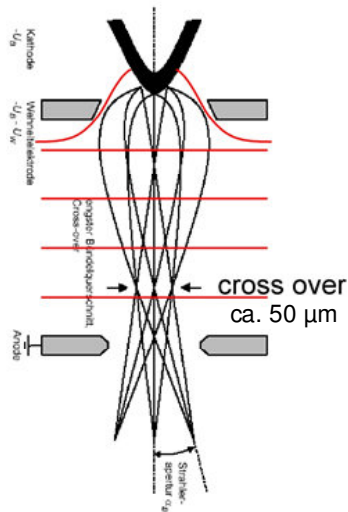
Im konventionellen SEM wird als Elektronenquelle ein Triodensystem benutzt, bestehend aus Haarnadelkathode, Wehneltzylinder, der die Funktion des Steuergitters hat, und Anode, siehe Abb. 2. Die beiden letzteren sind konzentrisch angeordnete Blenden mit einem Öffnungsdurchmesser von etwa 1 mm. Die Haarnadelkathode wird aus einem etwa 100 µm starken, mit 3 % Thorium legierten Wolframdraht hergestellt, indem dieser Draht mit minimalem Krümmungsradius über eine Schneide gebogen wird. Die Freisetzung von Elektronen durch thermische Emission wird durch die Richardson-Gleichung beschrieben.

$$S = A \cdot T^2 \cdot \exp(-b / kT)$$

S	Stromdichte
A	ca. 0,6 A/mm <sup>2</sup> K <sup>2</sup> für Metalle
b	Austrittsarbeit

Bei reinem Wolfram wäre bei einer Austrittsarbeit von  $b = 4,55 \text{ eV}$  eine Temperatur von etwa  $2.500 \text{ K}$  erforderlich, um eine fürs SEM erforderliche Stromdichte von wenigen  $\text{mA pro mm}^2$  zu erzielen. Beim dotierten Wolframdraht diffundiert das Thorium bei hoher Temperatur an die Kathodenoberfläche und setzt die Austrittsarbeit auf etwa  $2,66 \text{ eV}$  herab. Dadurch kann dieselbe Sättigungsstromdichte bei einer Temperatur von nur  $1.600 \text{ K}$  erreicht werden. Das dient der Schonung der Bauelemente des Strahlkopfes und erhöht die Lebensdauer der Kathode.

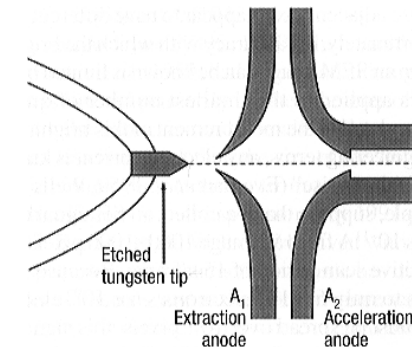
Um einen homogenen, strukturlosen Elektronenstrahl zu erhalten, wird das System nicht im Sättigungsbereich betrieben sondern im Raumladungsgebiet. Durch die negative Vorspannung des Wehneltzylinders können nicht alle Elektronen, die die Kathode verlassen, unmittelbar abgesaugt werden, sondern es bildet sich eine Elektronenwolke um die Kathode, die als strukturloser Elektronenquellbereich angesehen werden kann. Infolge der Potentialverteilung zwischen Kathode, Wehnelt und Anode hat dieses System eine fokussierende Wirkung, d. h. der Elektronenstrahl wird im Bereich der Anode auf einen Querschnitt von etwa  $50 \mu\text{m}$  gebündelt. Diese Einengung nennt man Cross-Over; er stellt in seiner Elektronendichteverteilung und seiner Divergenz den Ausgangspunkt für alle Berechnungen des Strahlenganges dar. Da der Cross-Over bei der erforderlichen Strahlstromdichte nicht beliebig klein gemacht werden kann, ist die laterale Auflösung eines SEM mit thermischer Elektronenquelle auf  $8\text{-}10 \text{ nm}$  begrenzt.



**Abb. 2: Potentiallinien und Elektronenbahnen im Triodensystem einer thermischen Elektronenquelle**

Eine geringfügig bessere Auflösung ergibt sich bei der Verwendung von Spitzenkathoden. Dabei stammt die Elektronenemission zur Verringerung der Emissionsfläche aus der Spitze eines Lanthan-Hexaborid-Kristalls ( $\text{LaB}_6$ ), der auf die Haarnadelkathode aufgebracht wird.

Ein wesentlich höherer Richtstrahlwert (Elektronenstrahlstromdichte pro Raumwinkel) und höhere Auflösung (ca.  $1 \text{ nm}$ ) lassen sich nur mit Feldemissionskathoden (FESEM) erlangen. Bei der kalten Feldemissionskathode (Abb. 3) werden die Elektronen bei Raumtemperatur durch ein hohes elektrisches Feld aus einer fein geätzten Wolframspitze emittiert (Tunnelstrom).



**Abb. 3: Kalte Feldemissionsquelle**

An der Extraktions-Anode liegt je nach Betriebszustand der Wolframspitze eine Spannung zwischen  $2$  und  $6 \text{ kV}$ . Mit der nachfolgenden Beschleunigungs-Anode wird die endgültige Betriebsspannung für die Primärelektronen eingestellt. Dabei kann es auch zu einer Abbremsung kommen, falls mit niedrigen Beschleunigungsspannungen von  $1 \text{ kV}$  oder darunter gearbeitet werden soll. Moderne FESEM arbeiten bei Elektronenenergien zwischen  $50 \text{ eV}$  und  $30 \text{ keV}$ , was insbesondere für die reine Oberflächenabbildung (geringe Eindringtiefe) und für die Abbildung nichtleitender Proben (Sekundärelektronenrate ungefähr  $1$ ) benötigt wird.

Die kalte Feldemissions-Kathode hat einen Richtstrahlwert von  $2 \times 10^9 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ , im Vergleich dazu besitzt die Haarnadelkathode eine Richtstrahlwert von ca.  $2 \times 10^5 \text{ A cm}^{-2} \text{ sr}^{-1}$ . Dadurch hat das FE-SEM einen intensiven Strahl mit einem besseren Auflösungsvermögen und das ganz besonders bei niedrigen Beschleunigungsspannungen. Da die Elektronenemission stark vom Zustand der geätzten Spitze, insbesondere von Oberflächenbelegungen, abhängt, ist der Strahlstrom zeitlich nicht konstant, was insbesondere analytische Aufgaben erschwert.

Alternativ bieten sich thermisch unterstützte Feldemissionsquellen an, die die Schottky-Emission nutzen, siehe Abb.4. Eine geätzte Wolframspitze wird auf ca.  $1800 \text{ K}$  geheizt. Zur Erhöhung der Lebensdauer wird das Wolfram

hierbei mit Zirkon belegt (Desoxidation). Schottky-Emitter bieten fast denselben Richtstrahlwert wie kalte Feldemitter, zeichnen sich jedoch durch eine bessere Strahlstromkonstanz aus.

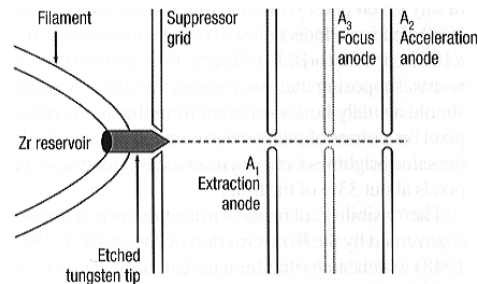


Abb. 3: Heiße (Schottky-) Feldemissionsquelle

Alle Feldemissionsquellen benötigen Ultrahochvakuum, wodurch das Vakuumsystem dieser SEM sehr viel komplexer wird. Ferner sind die Wartungskosten nicht zu vernachlässigen, da eine Feldemissionsquelle vom Servicetechniker getauscht werden muss, während die Haarnadelkathode vom Nutzer selbst gewechselt und justiert werden kann.

## 2.2. Elektronenlinsen

### 2.2.1 Magnetlinsen, Brechkraft und zweistufige Abbildung

Bei allen Quellen ist der Elektronenstrahl divergent und muss auf die Probe fokussiert werden. Beim konventionellen SEM mit thermischer Elektronenquelle wird der Cross-Over in einer zweistufigen Abbildung auf die Probe abgebildet. Während bei den ersten Elektronenmikroskopen elektrostatische Linsen benutzt wurden, sind heute bei TEM und SEM überwiegend magnetische Linsen in Gebrauch, siehe Abb. 4.

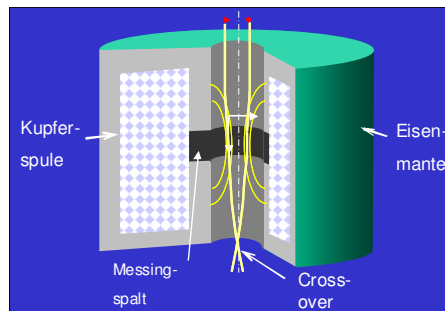


Abb. 4: Aufbau einer magnetischen Elektronenlinse

Eine zum Elektronenstrahl koaxiale Spule ist von einem weichmagnetischen Joch umfasst, das nur einen sehr schmalen Messingspalt bei einer Bohrung von 1 bis 3 mm besitzt. In diesem stark inhomogenen Feld erfährt ein divergenter Elektronenstrahl eine Fokussierung oder zumindest eine Verringerung seiner Divergenz. Das ergibt sich durch zweimalige Anwendung der Regel für die Lorentz-Kraft; ebenso erhält man daraus die Drehung des Bildes in elektromagnetischen Linsen, siehe Abb. 5..

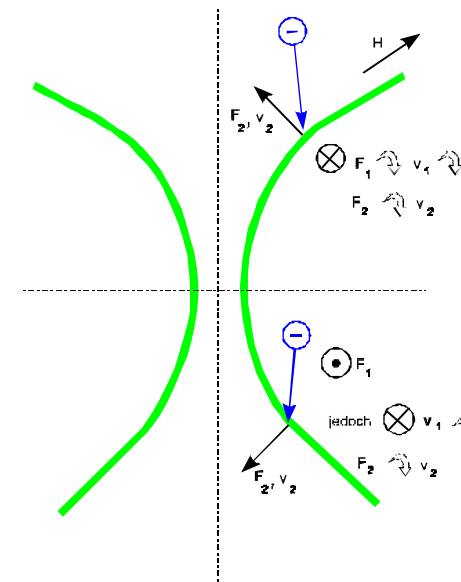


Abb. 5: Lorentzkraft auf Elektronen in einer Magnetlinse und daraus resultierende Bildrotation und Fokussierung

Beim konventionellen SEM mit thermischer Elektronenquelle wird der Cross-Over in einer zweistufigen Abbildung mittels Kondensator (CL) und Objektiv (OL) (siehe Abb. 1 und 6) auf die Probe abgebildet. Das Produkt der Abbildungsmaßstäbe bestimmt dabei die Größe des Elektronenstrahls auf der Probe. Da die Apertur der Objektivlinse (und der Objektivblende davor) begrenzt ist, bestimmt der Abbildungsmaßstab der Kondensorlinse gleichzeitig den durchgelassenen Strahlstrom. Abb. 6 zeigt diesen Zusammenhang zwischen lateraler Auflösung und Strahlstrom. Im grünen Strahlengang hat die Kondensorlinse einen sehr großen Abbildungsmaßstab, so dass der Elektronenstrahl auf der Probe besonders klein ist und die laterale Auflösung besonders hoch ist. Dafür hat der Strahl eine große Divergenz, so dass die Apertur der Objektivlinse nicht für den gesamten Strahlquerschnitt ausreicht und der Strahlstrom gering ist. Ein kleiner Strahlstrom bedingt ein kleines verrauschtes Messsignal.

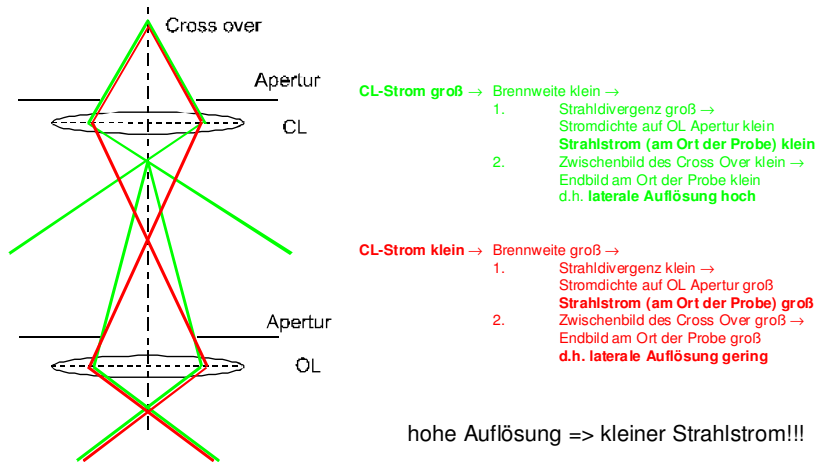


Abb. 6: Zusammenhang von Auflösung und Strahlstrom im SEM

### 2.2.2 Einfluss und Kompensation von Linsenfehlern

Wesentlichen Einfluss auf die Abbildungsqualität und Auflösung des SEM hat dabei der kleinste erreichbare Durchmesser des Elektronenstrahls auf der Probe. Dieser wird einerseits durch die Brechkraft der Magnetlinse (der Strom durch die Spule) und andererseits durch die Linsenfehler bestimmt.

#### 1) Astigmatismus

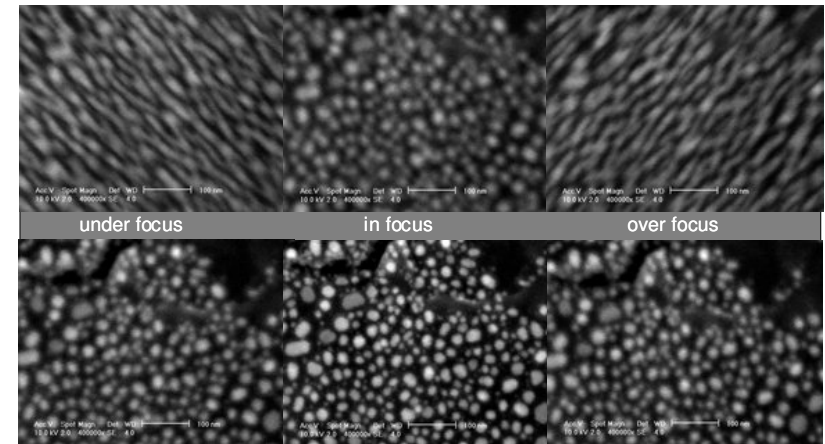
Der dominanteste Linsenfehler im SEM ist der Astigmatismus. Zwei zueinander senkrecht stehende Sagittalschnitte durch die Linse haben unterschiedliche Brennweiten. Die Ursache ist in einer mechanischen Unrundheit des Linsenjochs, einer magnetischen Inhomogenität des Polschuhmaterials oder oft mit der verheerendsten Auswirkung in einer Verunreinigung auf einer Blende oder in einer Polschuhbohrung zu finden.

$$d_a = df * \alpha$$

df Differenz der beiden Brennweiten

Die Brennweitendifferenz kann einige mm groß sein. Dieser Fehler macht sich bei niedrigen Beschleunigungsspannungen stärker bemerkbar als bei hohen Spannungen. Er lässt sich mit zwei gekreuzten magnetischen Zylinderlinsen beheben. Durch Variation der Erregung der beiden lässt sich jede Richtung mit beliebigem Betrag für die resultierende Zylinderlinsenwirkung einstellen. Der Astigmatismus muss also vom Nutzer stets korrigiert werden. Abb. 7 zeigt wie sich der Astigmatismus im Rasterbild bei unterschiedlicher Fokussierung des Strahls bzgl. der Probenoberfläche bemerkbar macht.

### Astigmatismus not corrected



### Astigmatismus corrected

Abb. 7: Astigmatismus im SEM in Abhängigkeit der Fokussierung des Strahls bzgl. der Probenoberfläche

#### 2) Sphärische Aberration (Öffnungsfehler)

Die Brennweite der achsnahen Linsenbereiche ist größer als die der Peripherie, so dass der Strahl nicht auf einen Fokuspunkt fokussiert wird. Vielmehr zeigt sich eine Einhüllende mit einem minimalen Durchmesser, dem sog. Fehlerscheibchen mit dem Durchmesser

$$d_s = 0,5 * C_s * \alpha^3 \quad \alpha \text{ Apertur}$$

Langbrennweitige Objektivlinsen beim SEM haben eine Öffnungsfehlerkonstante  $C_s$  von etwa 20 mm, kurzbrennweitige beim TEM von nur etwa 1 mm.

Praktikable Korrekturmöglichkeiten der sphärischen Aberration für kommerzielle SEM gibt es nicht. Der einzige Weg zur Verringerung dieses Fehlers besteht in der Benutzung kleiner Blenden, die die achsfernen Strahlen abblenden, siehe Objektivblende in Abb. 1. Je kleiner die Objektivblende gewählt wird, desto kleiner ist die sphärische Aberration und desto höher ist die Auflösung. Allerdings geht das zu Lasten des Strahlstroms. Ferner müssen Beugungseffekte an der Blende berücksichtigt werden:

#### 3) Beugungsfehler

Die Aperturblende stellt eine Beugungsöffnung im Strahlengang dar. Je kleiner ihr Durchmesser, um so größer ist das Beugungsscheibchen:

$$d_b = 0,6 * \lambda / \alpha \quad \lambda \text{ Elektronenwellenlänge}$$

Z. B. für Elektronen mit einer Energie von 30 keV beträgt die Elektronenwellenlänge  $\lambda = 0,007$  nm. Während das Fehlerscheibchen der sphärischen Aberration mit Verkleinerung der Blende kleiner wird, wird das Fehlerscheibchen durch die Beugung gleichzeitig größer. Auf den Beugungsfehler hat der Nutzer keinen Einfluss; durch eine geschickte Wahl der Lage der Blende hat der Hersteller berücksichtigt, dass der Beugungsfehler nicht störend wird.

#### 4) Chromatische Aberration (Farbfehler)

Die Brennweite der Linsen ist abhängig von der Energie der Elektronen. Eine Streuung der Energie  $E_0$  um den Betrag  $dE$  verursacht ein Fehlerscheibchen von

$$d_c = C_c \cdot (dE / E_0) \cdot \alpha$$

Bei langbrennweitigen Linsen ist die Farbfehlerkonstante  $C_c$  etwa so groß wie die Brennweite der Linse, d. h. minimal etwa 5 mm.

Die chromatische Aberration spielt in konventionellen SEM keine Rolle, obwohl die thermische Elektronenquelle eine relativ große Energiebreite von 1 eV hat. Bei hochauflösenden SEM hingegen muss eine Feldemissionsquelle verwendet werden, die automatisch eine geringere Energiebreite von 0,3 bis 0,5 eV hat.

Bei den SEM der Firma ZEISS wird zur Kompensation der chromatischen Aberration eine Kombination aus elektrischen und magnetischen Linsen verwendet (sog. Gemini-Optik). Bei dem Highend-SEM der Firma FEI wird die Strahlaufweitung aufgrund der chromatischen Aberration verhindert durch den Einsatz eines Monochromators in der Elektronenquelle (Gerät Magellan).

### 2.2.3 Arbeitsabstand und Auflösung

Bei einem kleinen Arbeitsabstand befindet sich die Probe dicht unterhalb des Polschuhs der Objektivlinse. Damit ist die Bildweite klein, der Abbildungsmaßstab groß und der Spotdurchmesser der Elektronenprobe klein. Daher lassen sich hochaufgelöste SEM-Aufnahmen nur bei kleinem Arbeitsabstand erreichen. Die Strahlapertur ist dann verhältnismäßig groß und die Schärfentiefe gering (s. Kap. 2.3.2).

Das Auflösungsvermögen wird außerdem durch mechanische und elektromagnetische Störeinflüsse aus dem Umfeld des Gerätes herabgesetzt.

Elektromagnetische Störeinflüsse lassen sich durch einen kleinen Arbeitsabstand (WD) zwischen Probe und Polschuh verringern. Denn der Raum zwischen Probe und Polschuh ist der einzige Bereich des Elektronenstrahls, der nicht durch dicke Eisenwandungen abgeschirmt ist. Große elektromagnetische Felder lassen sich durch aktiv gesteuerte Helmholtzspulen, die weiträumig um das gesamte SEM angeordnet sind, kompensieren.

Mechanische Störeinflüsse lassen sich zum einen durch eine stabile Tisch- und Mikroskopkonstruktion kompensieren. Ein Probenstisch in extremen Positionen (z.B. bei kleinem Arbeitsabstand) ist idR instabiler als in der Normalposition. Mechanische Störungen lassen sich zum anderen durch eine aktive Schwingungskompensation in Form von aktiv gesteuerten Luftmembranen unter dem Mikroskop vermeiden.

### 2.3. Rastereinheit

#### 2.3.1 Auflösung und Vergrößerung

Die Bilderzeugung geschieht beim SEM im Gegensatz zum Lichtmikroskop durch sequentielle Übertragung der Information aller Bildpunkte. Die höhere Auflösung des SEM ist einerseits durch die feine Abtastung der Probe und andererseits durch die feine Fokussierung der Sonde (des Elektronenstrahls) bedingt. Eine vergleichbare feine Abtastung ist mit Licht auch möglich (konfokales Lichtmikroskop; ca. 100 nm Auflösung mit sichtbarem Licht), jedoch lässt sich ein Elektronenstrahl aufgrund der deutlich kleineren deBroglie-Wellenlänge feiner fokussieren.

Zwei Ablenkspulenpaare (siehe Abb. 1) bewirken die Auslenkung des Elektronenstrahls auf der Probe in X- und Y-Richtung. Durch einen Sägezahn-generator wird die Zeilenablenkung für die X-Ablenkspulen erzeugt, durch den anderen der Bilddurchlauf, der auf die Y-Ablenkspulen gegeben wird. Von denselben Generatoren werden die Ablenkspannungen für den Beobachtungsbildschirm geliefert. Sofern das Verhältnis der Auslenkungen des Strahls auf der Probe dasselbe ist wie das der Auslenkungen des Strahls auf dem Oszillographenrohr, wird auf dem Bildschirm ein winkel- und abstandsverhältnismäßig genaues Abbild der Probe erzeugt. Zur digitalen Speicherung des Bildes werden die Ablenkspannungen des Strahls im SEM durch einen AD-Wandler des Bildaufnahme-Computers ausgegeben.

Die Vergrößerung der SEM-Aufnahme ist alleine durch die Größe des Rasterbereichs auf der Probe gegeben. Um einerseits Aufnahmen geringer Vergrößerung und andererseits Aufnahmen hoher Vergrößerung mit vielen Bildpunkten (typ. max. 4096 x 4096 Bildpunkte) machen zu können, benötigt man einen hochauflösenden Rastergenerator (typ. 16 bit). Die Bildqualität hängt entscheidend von der Qualität des Rastergenerators ab, sowohl von seiner Auflösung als auch von äquidistanten Bildpunkten auf einer Geraden ohne Verschiebung der Zeilen zueinander.

#### 2.3.2 Schärfentiefe

Die Schärfentiefe beim SEM wird durch den Radius  $R$  der Objektivlinse, den Arbeitsabstand  $L$  und die Zeilenzahl des Bildschirms festgelegt, siehe Abb. 8. Zur Vereinfachung geht man von einem punktförmigen Fokus des Strahls in der Bildebene der Objektivlinse aus. Nach Abb. 8 ist die Strahldivergenz für kleine Winkel

$$\alpha = R / L .$$

Für den Schärfentiefenbereich  $s$  und den zugehörigen Bündelquerschnitt  $d$  gilt die analoge Beziehung

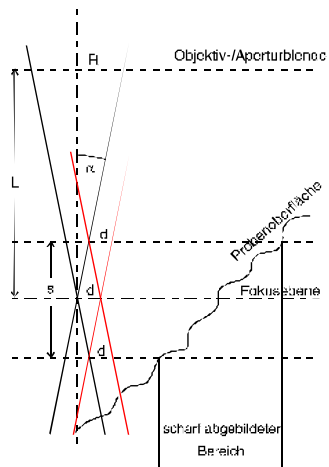
$$\alpha = d / s$$

Im günstigsten Fall ist die Auflösungsgrenze gleichzusetzen mit dem Zeilenabstand  $D$  auf dem Bildschirm bzw. dem Zeilenabstand  $d$  auf der Probe. Das heißt, genau der Tiefenbereich wird scharf abgebildet, innerhalb dessen der Strahlkegel einen Durchmesser kleiner oder gleich  $d$  besitzt. Bezieht man die Auflösungsgrenze auf die Bildkante  $B$  auf dem Monitor bzw.  $b$  auf der Probe, so stellt der Quotient die reziproke Zeilenzahl  $Z$  dar. Das gilt für das Bild auf dem Monitor wie auch für die gerasterte Fläche auf der Probe.

$$1 / Z = D / B = d / b$$

Aus obiger Gleichung erhält man die Schärfentiefe  $s$

$$s = d / \alpha = b / (\alpha * Z)$$



- L Arbeitsabstand
- R Radius der Aperturblende
- $\alpha$  Aperturwinkel
- b Kantenlänge des Rasterfeldes auf der Probe
- d Zeilenabstand auf der Probe
- s absolute Schärfentiefe auf der Probe
- Z Zeilenzahl

Relative Schärfentiefe:  
Verhältnis von Kantenlänge des Bildes zur Tiefe des Schärfenbereiches auf dem Objekt und auf dem Bildschirm

Beispiel:  $Z = 1000$  Zeilen  
 $\alpha = 10^{-2} \cong 0,6^\circ$   $s/b = 0,1$   
 $\alpha = 10^{-3} \cong 0,06^\circ$   $s/b = 1,0$

Abb. 8: Schärfentiefe vs. lateraler Auflösung im SEM

Es empfiehlt sich eine relative Schärfentiefe zu definieren, die auf die Bildkante bezogen ist und angibt, welchen Bruchteil der Bildkante man, in die Tiefe blickend, als scharf abgebildet sieht.

$$s / b = 1 / (\alpha * Z)$$

Als Zahlenbeispiel ergibt z. B. eine Strahldivergenz von  $\alpha = 10^{-2}$  bei einer Zeilenzahl von 1000 eine Schärfentiefe von  $s / b = 0,1$ , d. h. die Schärfentiefe beträgt 10 % der Bildkantenlänge. Bei einer Strahldivergenz von  $\alpha = 10^{-3}$  ist die Schärfentiefe gerade so groß, wie die Bildkante lang ist, man sieht auf dem Monitor das gesamte Volumen eines Würfels scharf.

Zu beachten ist allerdings, dass sich Schärfentiefe und Hochauflösung aufgrund des eingestellten Arbeitsabstandes ausschließen (s. Kap. 2.2.3).

Im Lichtmikroskop ist die Auflösung mit der Apertur proportional verknüpft, die Auflösungsgrenze wird bei Apertur 1 erreicht. Für die Schärfentiefe gelten die gleichen Überlegungen wie oben; also besitzt das Lichtmikroskop stets eine deutlicher geringe Schärfentiefe als das SEM.

### 2.3.3 Tilt-Compensation und dynamischer Fokus

Die Bildentstehung im SEM bedingt, dass die Projektion der Probenoberfläche erfasst wird, d.h. geneigte Probenoberflächen erscheinen in einer Richtung gestaucht. Diese Stauchung lässt sich für ebene Proben elektronisch kompensieren, indem der Scanbereich in der betreffenden Richtung bei gleichbleibender Zeilenzahl verkleinert wird, genannt „tilt compensation“, s. Abb. 9. Bei einigen modernen Mikroskopen ist diese Funktion per default an die Kippung des Probenstisches gekoppelt, was bei dreidimensionalen Proben zu Überraschungen führt ...

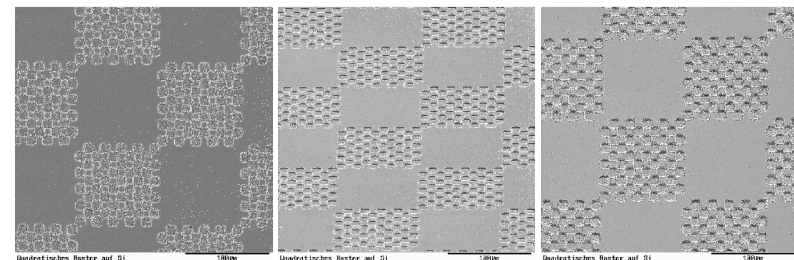


Abb. 9: SE-Aufnahmen eines geätzten Si-Wafers mit ungekippter Probe (links), um 60° gekippter Probe (Mitte) und um 60° gekippter Probe mit tilt compensation (rechts)

Bei gekippten Proben ist es ferner sinnvoll, den „dynamischen Fokus“ zu aktivieren, der den Objektivlinsenstrom an die variable Gegenstandsweite der gekippten Probe anpasst, so dass der Elektronenstrahl immer bestens auf die Probenoberfläche fokussiert ist.

### 2.4. Elektronen-Detektoren

Die Detektion von Elektronen kann mit Halbleiterdioden oder Szintillator-Fotomultiplier-Kombinationen erfolgen. In Halbleiterdioden erzeugen einfallende Elektronen Elektron-Loch-Paare, die mit einem ladungsempfindlichen Verstärker registriert werden. Die einfallenden Elektronen müssen mindestens eine Energie von 1 keV haben, damit sie überhaupt bis zum Halb-

leiterübergang vordringen können. Halbleiterdioden sind ferner nicht sonderlich empfindlich für kleine Elektronenströme und so langsam in der Signalverarbeitung, dass kein TV-Bild („Live“-Bild) der Probe aufgenommen werden kann, sondern das Bild langsam eingezogen werden muss. Dafür sind Halbleiterdioden günstig und klein.

In Szintillator-Fotomultiplier-Kombinationen (siehe Abb. 10) erzeugen die Elektronen zunächst in einem Plastikszintillator oder einer Fluoreszenzschicht (typ. Zinksulfid) Lichtblitze, die dann von einem Lichtleiter zum Fotomultiplier geleitet und dort detektiert werden. Der Lichtleiter befindet sich in einer Vakuumdurchführung, so dass der Fotomultiplier außerhalb des SEMs angebracht ist.

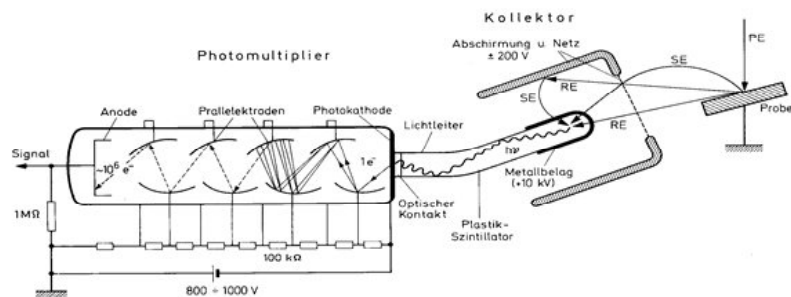


Abb. 10: Szintillator-Fotomultiplier-Detektoren

Die Oberfläche des Szintillators ist metallisiert; das hat mehrere Gründe:

1. Es muss verhindert werden, dass die auftreffenden Elektronen zu einer Aufladung der Szintillatoroberfläche führen; das würde den weiteren Zufluss von Elektronen unterbinden. Die Metallschicht leitet die Ladung ab.
2. Die Metallschicht hält das Licht fern, das von der Kathode oder von Fenstern in der optischen Säule in das Detektorsystem dringen würde.
3. Die Hälfte der von den Elektronen im Szintillator erzeugten Photonen würde den Szintillator wirkungslos in die dem Lichtleiter und Multiplier entgegen gesetzte Richtung verlassen. Dieser Teil wird dem Multiplier durch Reflexion an der Metallschicht zugeführt.

Nur schnelle Rückstreuelektronen besitzen eine für diesen Prozess ausreichende Energie. Um denselben Detektor auch für Sekundärelektronen nutzbar zu machen, müssen die energiearmen Elektronen durch eine Nachbeschleunigungsspannung an der Metallisierung des Szintillators auf eine Energie von etwa 10 keV gebracht werden. Durch ein so hohes Potential in der Nähe der optischen Achse würde der Primärstrahl aus seiner Richtung abgelenkt. Um das zu verhindern, wird ein Netz oder eine Ringelektrode vor

den Szintillator montiert, die auf einem Potential von etwa + 200 V liegt und das Nachbeschleunigungsfeld abschirmt. Die Spannung von + 200 V reicht dabei aus, um fast alle Sekundärelektronen, die in den oberen Raumwinkel der Probe emittiert werden, auf den Szintillator anzusaugen. Für die Detektion von Rückstreuelektronen wird die Saugspannung abgeschaltet, und es werden nur die Rückstreuelektronen detektiert, die in Richtung des Detektors fliegen.

## 2.5. Bilderstellung

Als Beobachtungsbildschirme werden am SEM häufig einfache TV-Monitore mit Kurzhalsbildröhren verwendet. Dabei muss nur die Nachleuchtzeit länger sein als beim TV, damit auch bei Bilddurchlaufzeiten im Bereich von einer Sekunde ein Bildeindruck entsteht und nicht nur ein feiner Strich von der momentan gescannten Linie zu sehen ist, wie auf den Photobildröhren. Diese einfachen Monitore erfüllen keine gehobenen Anforderungen an Auflösung und Verzeichnungsfreiheit. Sie sind nicht zum Ausmessen von Objekten zu gebrauchen, selbst die Scharfstellung ist nur bei einer höheren Vergrößerung zu beurteilen, als sie letztlich auf dem Bild festgehalten werden soll.

Für die Bildaufnahme, -speicherung und -analyse wird ein digitales Bildaufnahmesystem verwendet. Bei den SEM der ZELMI handelt es sich hierbei um ein nachgerüstetes PC-System, das die komplette Strahlsteuerung übernimmt und Rasteraufnahmen mit bis zu 4000 x 4000 Pixeln bei 12bit Helligkeitsstufen ermöglicht.

Vor jeder Aufnahme muss das SE- bzw. RE-Signal der Detektoren mit den Einstellern „Contrast“ für die Verstärkung des Detektors und mit „Brightness“ für die Nullpunktverschiebung des Signals so angepasst werden, dass in den dunklen und hellen Bildpartien noch Zeichnung vorhanden ist und das Signal nicht überstrahlt.

Bei hohen Vergrößerungen ist das Signal u.U. gering und das Rauschen hoch, so dass die Scanzeit – angegeben als Integrationszeit pro Pixel – verlängert werden muss. Dies führt bei thermisch instabilen oder nicht ausreichend leitfähigen Proben zur Veränderung bzw. Aufladung der Probe. Dann muss die Probe durch eine dünne Kohlenstoff- oder Goldbeschichtung thermisch bzw. elektrisch leitfähig gemacht werden. Alternativ kann die Beschleunigungsspannung reduziert werden oder es wird ein spezieller Scanmodus gewählt, bei dem die Probe mehrfach nacheinander im gesamten Bildbereich mit kurzer Integrationszeit pro Pixel abgescannt wird. Danach werden die erhaltenen Aufnahmen, möglichst nach einer Korrektur der möglichen Probendrift, addiert.

Ein großer Vorteil des SEM besteht darin, dass beim Abrastern der Probe alle entstehenden Signale (s. Kap. 3) gleichzeitig aufgezeichnet werden können. Damit ist gewährleistet, dass alle Signale von exakt derselben Probenstelle und von exakt demselben Probenzustand stammen.



Darüber hinaus sind Punktmessungen an vorbestimmten Punkten mit verschiedenen Signalen ebenso möglich wie Line-Scans über beliebig in der Bildfläche zu definierende Geraden.

### 3. Wechselwirkung der Elektronen mit dem Festkörper und Kontrastarten

Beim Eintritt von Elektronen in den Festkörper treten verschiedene Arten von Wechselwirkungen mit den Atomen auf, Abb. 11. Man unterscheidet sie nach der Wechselwirkung mit dem Coulombfeld der Atomkerne einerseits und den Atomelektronen andererseits.

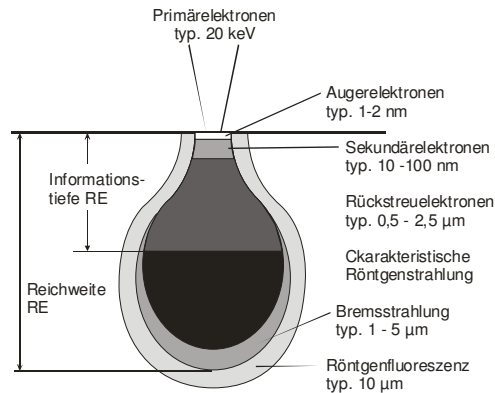


Abb. 11: Elektronenreichweite und Signal-Quellbereiche

#### 3.1. Rückstreuerelektronen

##### 3.1.1. Z-Kontrast mit RE

Rückstreuerelektronen (RE) haben eine elastische oder eine unelastische Streuung am Kernpotential erfahren. Elastisch gestreute Elektronen tauschen keine Energie mit dem Streuzentrum aus. Dennoch verlieren sie einen Teil ihrer Energie als Bremsstrahlung durch die Beschleunigung im Kernfeld. Bevor die Elektronen die Probe als REs wieder verlassen, haben Sie in der Regel mehrere Streuprozesse mit Energieverlust durchlaufen. An Kernen mit hoher Kernladungszahl ist der mittlere Streuwinkel (gemäß der Rutherford-Streufmel) höher. Daher ergeben sich die in Abb. 12 aufgetragenen Rückstreuenspektren für verschiedene Metalle. Für Proben mit hoher Ordnungszahl (Gold) verlassen die REs die Probe mit geringen Energieverlusten bereits nach wenigen Streuprozessen wieder. Je geringer die Ordnungszahl der Probe ist, desto mehr Streuprozesse haben sie durchlaufen und desto mehr Energie haben die REs im Mittel verloren.

Zusätzlich gibt es für alle Probenmaterialien REs die nur einmalig gestreut wurden und daher (fast) die Primärenergie besitzen.

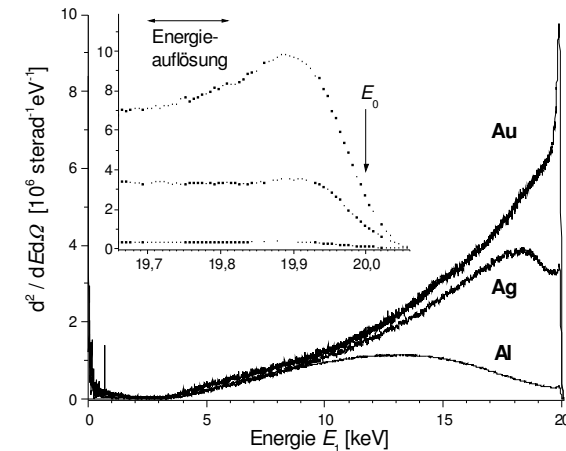


Abb. 12: Normiertes Elektronen-Rückstreuenspektrum verschiedener Metalle gemessen mit einem sphärischen Spektrometer mit einer Energieauflösung von 0,55% in nahezu direkter Rückstreurichtung, aus: Dissertation Dirk Berger, [http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2000/62/pdf/berger\\_dirk.pdf](http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2000/62/pdf/berger_dirk.pdf)

Das Integral des Rückstreuenspektrums ergibt die Gesamtrückstreurrate  $\eta$ , die nahezu mit Wurzel Z mit der Ordnungszahl steigt, siehe Abb. 13. Daraus ergibt sich die Möglichkeit, im SEM den Ordnungszahlkontrast (ein spezieller Materialkontrast) einer Probe zu analysieren, indem die Intensität der Rückstreuerelektronen (bei bekanntem Strahlstrom) detektiert wird.

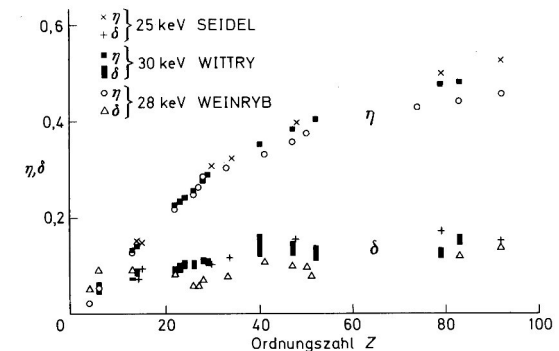


Abb. 13: Rückstreuungskoeffizient  $\eta$  und Sekundärelektronen-Ausbeute  $\delta$  zwischen 25 und 30 keV in Abhängigkeit von der Ordnungszahl für leitfähige Proben, Weinryb (1965), Wittry (1966), Seidel (1969) (L. Reimer, G. Pfefferkorn, REM, 1977)

### 3.1.2. Schattenkontrast mit RE

Für die Bildentstehung mit RE ist ferner zu berücksichtigen, dass der Detektor die RE nicht absaugt, s. Kap. 2.4. Damit hängt die Größe des RE-Signals von der lokalen Oberflächenneigung bzgl. des Detektors ab. Das maximale Signal wird erreicht, wenn die Oberflächennormale zum Detektor zeigt. Dieser Effekt entspricht unserem normalen Seheindruck matter Oberflächen mit dem bekannten Licht- und Schatteneindruck durch diffuse Streuung (cos-förmige Verteilung um die Oberflächennormale nach Lambert), s. Abb. 14. Die Probenoberfläche hat daher in RE-Aufnahmen ein äußerst plastisches Aussehen. Bei diesen Betrachtungen ist stets die Lage des Detektors bzgl. der Probe zu beachten, so dass RE-Abbildungen im SEM stets so aussehen, als sei die Probe aus Richtung des Detektors beleuchtet, s. Abb. 14.

Es kann auch passieren, dass RE den Detektor nicht erreichen, da sie durch die Topografie der Probenoberfläche abgeblockt werden. Dann ergibt sich ein Schlagschatten, s. Abb. 14.

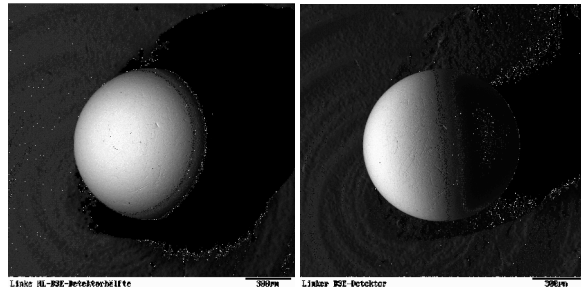


Abb. 14: RE-Aufnahmen einer Stahlkugel in 2 SEMs mit unterschiedlicher Position des RE-Detektors (links: Hitachi S2700, rechts: Hitachi S520)

Zwei gegenüber angeordnete RE-Detektoren mit gleichem Abnahmewinkel ermöglichen eine Signalmischung, die im Falle des Differenzbildes den Topographiekontrast hervorhebt, wobei der Ordnungszahl- bzw. Materialkontrast unterdrückt wird, und die im Falle des Summenbildes den Ordnungszahlkontrast auf Kosten des Topographiekontrastes entwickelt, s. Abb. 15. Durch die richtige Wahl der Hochspannung kann die Differenzierung noch verbessert werden.

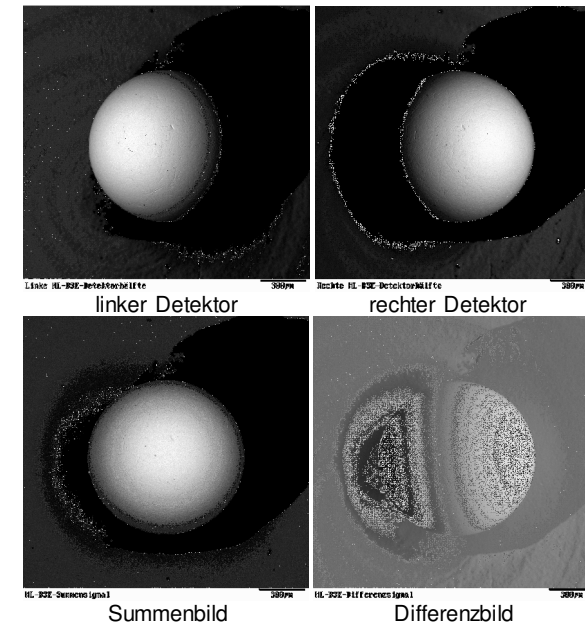


Abb. 15: RE-Aufnahmen einer Stahlkugel mit 2 gegenüber stehenden RE-Detektoren und daraus errechnetes Summen- und Differenzbild (Hitachi S2700)

### 3.1.3. Laterale Auflösung mit RE

Das räumliche Auflösungsvermögen bei der Probenuntersuchung mit RE ergibt sich aus dem in Abb. 11 dargestellten Signal-Quellbereich. In ihrer Form und Reichweite hängt diese Keule stark von der mittleren Ordnungszahl des Probenmaterials und der Beschleunigungsspannung der Elektronen ab (100 nm bis einige  $\mu\text{m}$ ) und kann durch Monte-Carlo-Simulationen der Elektronenstreuung abgeschätzt werden, Abb. 16.

Durch die Wahl der Beschleunigungsspannung kann einerseits die laterale Auflösung beeinflusst werden, sie wird besser, wenn die Beschleunigungsspannung reduziert wird. Das gilt natürlich nur, solange der Strahldurchmesser des fokussierten Elektronenstrahls deutlich kleiner ist als die Breite des Signal-Quellbereichs. Jedoch haben vor allem SEM mit thermischer Elektronenquelle erhebliche Schwierigkeiten, den Strahl bei kleiner Beschleunigungsspannung (unter 10 kV) ausreichend zu fokussieren. Daher lässt sich diese Methode der Auflösungssteigerung nur bei Feldemissions-SEM erfolgreich anwenden.

Andererseits kann durch die Reduktion der Beschleunigungsspannung über die Eindringtiefe der Elektronen die Informationstiefe der RE-Aufnahmen

gezielt gesteuert werden (und zwar bei allen SEMs), so dass Oberflächenstrukturen von der Tiefeninformation zu trennen sind.



**Abb. 16: Monte-Carlo-Simulationen der Elektronenstreuung bei verschiedenen Elektronenenergien und Probenmaterialien**

### 3.2. Sekundärelektronen SE

Die Primärelektronen können nicht nur an den Atomkernen des Probenmaterials gestreut werden, sondern sie können die Probenatome auch ionisieren. Die ausgeschlagenen Elektronen können dann die Probe verlassen und werden als Sekundärelektronen (SE) bezeichnet. Ihre Energieverteilung hat ein ausgeprägtes Maximum bei einigen eV, jedoch werden per Definition alle

Elektronen mit einer Energie kleiner 50 eV als Sekundärelektronen bezeichnet.

Werden die SEs durch Primärelektronen ausgelöst, dann nennt man sie SE1. Zusätzlich können auch Rückstreuелеktronen Sekundärelektronen auslösen, diese nennt man SE2. Einige SEs (genannt SE3) werden auch außerhalb der Probe erzeugt, z.B. durch Rückstreuелеktronen, die auf den Probenhalter oder den Polschuh treffen. Der absaugende SE-Detektor erfasst die Summe aller SEs, also SE1 + SE2 + SE3.

#### 3.2.1. Laterale Auflösung mit SE

Während überall entlang der Reichweite der Primärelektronen im Probenmaterial Sekundärelektronen entstehen, können aufgrund der niedrigen Energie nur die oberflächennahen SE die Probe verlassen und detektiert werden. Die weitaus meisten SEs entstehen jedoch dort, wo die Primärelektronen in die Probe eintreten, also SE1. Daher ist der Signal-Quellbereich der SE in guter Näherung kaum breiter als der Durchmesser des Primärelektronenstrahls auf der Probe, und es wird eine deutlich bessere laterale Auflösung als bei RE-Aufnahmen erreicht. Der Signalanteil von SE2 und SE3 erzeugt eine Art Untergrund im SE-Signal. Die maximale Auflösung im SEM wird nur erreicht, wenn SE2 und SE3 unterdrückt werden, wozu spezielle SE-Detektoren (sog. Inlens-Detektoren) verwendet werden.

In der Summe verlassen deutlich weniger SE als RE die Probe, s. Abb. 12+13. Jedoch werden alle SE zur Detektion vom Detektor angesaugt, s. Kap. 2.4, so dass das SE-Signal doch höher ist als das erfasste RE-Signal, selbst wenn der RE-Detektor dicht an die Probe herangebracht wird. Daher haben SE-Aufnahmen ein deutlich besseres Signal-Rausch-Verhältnis, was kürzere Messzeiten erlaubt und der erreichbaren lateralen Auflösung zu Gute kommt.

#### 3.2.2. Materialkontrast mit SE

Die Gesamtzahl der aus der Probe austretenden Sekundärelektronen (SE-Ausbeute  $\delta$ ) hängt nach Abb. 13 wenig von der Ordnungszahl Z der Probe ab. Dies gilt jedoch nur für die SE1, denn die SE2 werden ja durch Rückstreuелеktronen ausgelöst. Daher enthält das SE-Signal des im Praktikum verwendeten absaugenden SE-Detektors (SE1+SE2+SE3) auch einen Z-Anteil. Der Z-Kontrast der SEs ist jedoch deutlich geringer als der Z-Kontrast des RE-Signals (s. 3.1.1). Gänzlich unterdrückt wird der Z-Kontrast bei den bereits erwähnten SE-Inlens-Detektoren, die nur das SE1-Signal erfassen.

Die SE-Ausbeute  $\delta$  wird ferner stark durch die Primärelektronenenergie, Kristallorientierung und Reinheit der Oberfläche beeinflusst. Für Metalle hat  $\delta$  Werte zwischen 20 und 200%, für Nichtleiter (insbesondere Oxide) sogar bis zu 1000%. Das erklärt auch, warum metallische Flächen mit lokal unterschiedlicher Oxidationsneigung nach einer Lagerung an Luft ihr Erscheinungsbild hinsichtlich der lokalen SE-Ausbeute völlig ändern können, es

kann sogar zu einer Kontrastumkehr kommen. Durch diesen Effekt können auch in SE-Aufnahmen Material- bzw. Elementkontraste dargestellt werden.

Jedoch sind diese Materialkontraste stets auf die Oberfläche der Probe bezogen, da die SE aufgrund ihrer geringen Energie eine Quelltiefe von maximal 100 nm haben. Durch den Vergleich von RE- und SE-Aufnahmen können dann Oberflächeneffekte wie Oxidation und Verschmutzung von der Probenzusammensetzung (in der „Tiefe“) getrennt werden. Daher macht es keinen Sinn, ein SEM ohne RE-Detektor zu beschaffen, auch wenn die beste Auflösung nur im SE-Bild erhalten wird.

### 3.2.3. Flächenneigungskontrast mit SE

Die Winkelverteilung der SE ist ebenfalls  $\cos$ -förmig um die Oberflächennormale (Diffuse Streuung nach Lambert). Da die SE zur Detektion jedoch abgesaugt werden, ergibt sich aus der Winkelverteilung der SE kein Schattenkontrast gemäß Kap. 3.1.2. Bei reinen Probenoberflächen ist ferner kein Materialkontrast zu sehen, was dann?

Mit dem Einfallswinkel der Primärelektronen bzgl. der Oberflächennormalen ändert sich jedoch der Signal-Quellbereich der SE. Die erfassten SE stammen nur aus dem direkten Oberflächenbereich um den Auftreffpunkt des Elektronenstrahls; bei geneigter Oberfläche wird der Strahl schräg geschnitten und der Signal-Quellbereich vergrößert sich. Da alle SE abgesaugt werden, ergibt sich somit eine Erhöhung des SE-Signals mit der Neigung der Probe, die proportional zur Funktion  $1 / \cos \alpha$  ist (mit dem Winkel  $\alpha$  der Oberflächennormalen zur Einstrahlrichtung), s. Abb. 17.

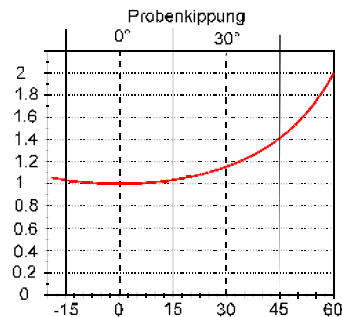


Abb. 17: Integrale SE-Ausbeute in Abhängigkeit der Probenkipfung

Aus der Nichtlinearität dieser Funktion ergibt sich auch, dass der Kontrast von lokalen Neigungswinkelunterschieden der Probentopografie um so größer wird, je größer der Einfallswinkel ist, s. Abb. 18.

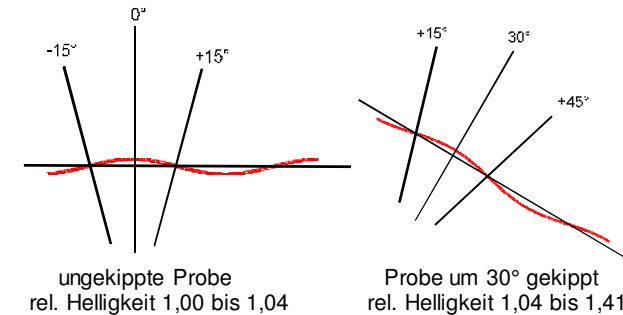


Abb. 18: Erhöhung des Flächenneigungskontrastes in SE-Aufnahmen durch Neigen der Probe

Das ist der Grund dafür, dass Proben mit geringem Kontrast bei SE-Aufnahmen im SEM in der Regel gekippt betrachtet werden. Erinnerung sei hierbei an die tilt compensation und den dynamischen Fokus, s. Kap. 2.3.3. Aus Abb. 18 ist sofort ersichtlich, dass der Schattenkontrast der RE gemäß Kap. 3.1.2. durch das Kippen der Probe verringert wird.

### 3.2.4. Kantenkontrast mit SE

Neben Proben mit leicht geneigten Topografien gibt es auch Proben mit scharfen (steilen) Flanken. Diese bilden in SE-Aufnahmen den sog. Kantenkontrast, s. Abb. 19. An einer steilen, im Extremfall vertikalen, Kante liegen große Teile des Wechselwirkungsbereichs der Elektronen nahe der Probenoberfläche, so dass auch die in der Tiefe entstehenden SE die Probe verlassen können. Entsprechend gibt es einen „negativen“ Kanteneffekt, wenn ein Teil des ursprünglichen SE-Signal-Quellbereichs durch die Probe überdeckt wird. Damit werden steile Flanken durch einen Hell-Dunkel-Wechsel der Bildintensität mit sehr hohem Kontrast wiedergegeben. Zusammen mit der guten lateralen Auflösung der SE-Aufnahmen eignet sich der Kanteneffekt ideal zum Vermessen von Strukturen der Probe. In RE-Aufnahmen gibt es zwar auch einen Kanteneffekt, aufgrund des in allen Fällen viel größeren Signal-Quellbereichs ist dieser jedoch nur sehr klein.

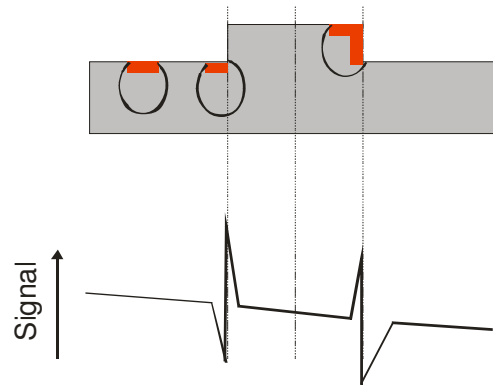


Abb. 19: Positiver und negativer Kanteneffekt in SE-Aufnahmen

Es darf nicht vergessen werden, dass der prominente Kanteneffekt jeglichen plastischen Bildeindruck zerstört, so dass sich zu weilen recht skurrile Bildeindrücke ergeben, s. Abb. 20. Die wahre Topografie muss in diesen Fällen entweder aus den RE-Aufnahmen oder dem aufgezeichneten Kanteneffekt (SE-Signal entlang einer Linie über die interessante Probenstelle = line scan) rekonstruiert werden.

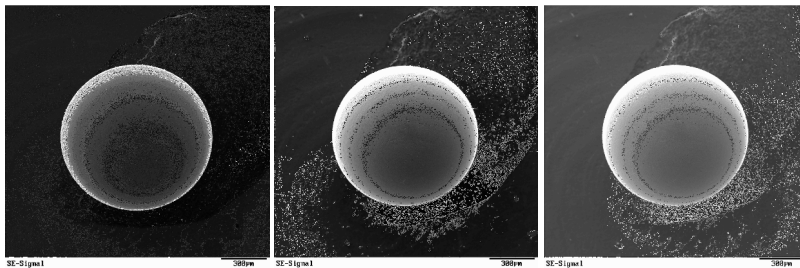


Abb. 20: Kanteneffekt in SE-Aufnahmen einer Stahlkugel mit unterschiedlichen Helligkeits- und Verstärkungseinstellungen des SE-Detektors; das mittlere und rechte Bild überstrahlen bereits in den hellen Bereichen, sind also für die Rekonstruktion der Topografie aus dem Kanteneffekt unbrauchbar

### 3.3. Weitere Analysemethoden im SEM

Aus der Wechselwirkung der Elektronen mit den Probenatomen entstehen weitere Signale, die zur Analyse verwendet werden können. Allen Verfahren gemein ist die hohe laterale Auflösung aufgrund der fein fokussierten Elektronenprobe und dem damit verbundenen kleinsten Analysevolumen in der Größenordnung  $\mu\text{m}^3$ . Alle Verfahren können sowohl für eine Punkt- als auch

für eine (Raster-)Flächenanalyse (Elementverteilungsbilder, mapping) angewendet werden.

#### 1) Probenstrom

Die Differenz aus eingestrahlttem Strahlstrom zu SE- plus RE-Strom ist der Probenstrom der in der Probe absorbierten Elektronen. Um diesen zu erfassen, muss der Probeträger isoliert aufgehängt und über ein aus der Vakuumkammer herausgeführtes Kabel geerdet werden. In diesem Kabel kann dann mit einem Pikoamperemeter der Probenstrom gemessen werden. Das macht insbesondere Sinn in Halbleiter-Übergängen (EBIC = electron beam induced current).

#### 2) Augerelektronen

Eine spezielle Art der Sekundärelektronen sind solche, die durch die Augerionisation entstanden sind. Dabei ist die Energie des Augerelektrons elementspezifisch, die mittels eines elektrostatischen Spektrometers gemessen wird. Die Anregungswahrscheinlichkeit ist am größten für leichte Elemente, und das Signal stammt fast nur von der Oberfläche bzw. von der Oberflächenbelegung der Probe.

#### 3) Kathodolumineszenz

Durch den Primärelektronenstrahl angeregte Atome können auch unter Aussendung von sichtbaren Photonen relaxieren. Dieses Licht wird in einem optischen Spektrometer elementspezifisch nach seiner Wellenlänge analysiert. Das Licht wird dann mit einem äußerst empfindlichen Photomultiplier nachgewiesen, so dass das Verfahren hauptsächlich für den Nachweis von Spurenelementen (z.B. Dotierungen in Halbleitern) verwendet wird.

#### 4) Charakteristische Röntgenstrahlung

Konkurierend zu den Signalen 2) und 3) entsteht beim Relaxieren der Probenatome nach dem Elektronenbeschuss charakteristische Röntgenstrahlung, die sich am einfachsten zur qualitativen und quantitativen Elementanalyse eignet. Dabei wird entweder die Wellenlänge (WDS) oder die Energie (EDS) detektiert. Letzteres Verfahren wird in einem separaten Versuchsteil behandelt.

#### **4. Praktischer Teil**

Es sollen die optimalen Einstellungen des SEMs für

- 1) hochaufgelöste SE-Aufnahmen
- 2) analytische RE-Aufnahmen

erarbeitet werden, und zwar

- a) theoretisch anhand der Angaben im Skript
- b) praktisch anhand gestellter und aus dem Fundus  
ausgewählter Proben.

Die spezifischen Eigenschaften von SE- und RE-Aufnahmen und der einzustellenden Geräteparameter sollen ebenfalls im Protokoll beschrieben und mit aussagekräftigen eigenen Aufnahmen verdeutlicht werden.

#### **5. Literatur**

1. Mikroanalyse mit Elektronen- und Ionensonden O. Brümmer
2. Handbuch Festkörperanalyse mit Elektronen,  
Ionen und Röntgenstrahlen O. Brümmer u. a.
3. Principles of analytical electron microscopy D.C. Joy u.a.
4. Elektronenmikroskopie K. G. Lickfeld
5. Scanning Electron Microscopy L. Reimer
6. Raster-Elektronenmikroskopie L. Reimer,  
G. Pfefferkorn
7. Quantitative Electron-Probe Microanalysis V. D. Scott, G. Love
8. Electron Microprobe Analysis and Scanning  
Electron Microscopy in Geology S.J.B. Reed  
Cambridge University Press 1996
9. Dissertation D. Berger,  
„Hochaufgelöste Elektronenstreuexperimente ...“  
[http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2000/62/pdf/berger\\_dirk.pdf](http://opus.kobv.de/tuberlin/volltexte/2000/62/pdf/berger_dirk.pdf)