

WS2021/22

PPBphys2

Rasterelektronen- mikroskop

Manuel Lippert - Paul Schwanitz

Gruppe 11



Informationen

| | |
|----------------------|--|
| Versuchstag | 13.09.2021 |
| Versuchsplatz | NWII 2.1.00.267 |
| Betreuer | Inga Elvers |
| | |
| Gruppen Nr. | 11 |
| Teilnehmer | Manuel Lippert (Manuel.Lippert@uni-bayreuth.de) Paul Schwanitz (Paul.Schwanitz@uni-bayreuth.de) |

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|-----------|
| 1 Einleitung | 5 |
| 2 Theoretischer Hintergrund | 6 |
| 2.1 Arten und Vergleich der Mikroskope | 6 |
| 2.2 Aufbau eines Raster-Elektronenmikroskops | 8 |
| 2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie | 9 |
| 2.4 Detektoren | 12 |
| 2.5 Linsenfehler | 16 |
| 2.6 Kontraste | 18 |
| 3 Messprotokoll | 21 |
| 4 Auswertung und Diskussion | 23 |
| 4.1 Pfennig | 23 |
| 4.2 Fliege | 31 |
| 4.3 Zinnstandart | 33 |
| 4.4 Gebrochene Schraube | 36 |
| 4.5 Chip Wafer | 43 |
| 5 Fazit | 44 |
| Literaturverzeichnis | 45 |

1 Einleitung

Die Rasterelektronenmikroskopie hat sich als unentbehrliches Hilfsmittel zur Untersuchung von Oberflächen bewiesen.

In diesem Versuch wird uns die Funktionsweise und die Verwendung eines Rasterelektronenmikroskop (REM) der Marke Jeol JSM 6510 näher gebracht. Weiterhin werden wir durch Beobachtung mehrerer Proben ein Gefühl für die jeweiligen Darstellungen und ihre Bedeutung entwickeln. Unter den Proben fallen eine Pfennig-Münze, Fliege (als biologische Probe), Zinnstandard und gebrochene Schraube. Durch eine EDX-Analyse werden wir dann auch in der Lage sein die Bruchursache der Schraube zu ermitteln und unserer davor gesammeltes Wissen in der Praxis anzuwenden.

Am Schluss betrachten wir einen Micro-Chip, da dessen Aufbau und Struktur unser Interesse geweckt hat.

2 Theoretischer Hintergrund

Zuerst wollen wir einen auf den theoretischen Hintergrund der Elektronenmikroskope werfen. Dafür wird [6] und [4] als Hauptquelle verwendet.

2.1 Arten und Vergleich der Mikroskope

Zur Unterscheidung der einzelnen Mikroskope Arten werden wir diese vorerst aufzählen.

Lichtmikroskop (LM)

Beim LM werden stark vergrößerte Bilder von kleinen Strukturen oder Objekten mit Hilfe von sichtbaren Licht und optischen System aus Linsen erzeugt.

- Auflösung: $0.2 \mu\text{m} \sim 0.3 \mu\text{m}$
Wird durch die physikalischen Gesetzmäßigkeiten bestimmt und hängt somit von der Wellenlänge ab.
- Anforderung an Probe: Für gut erkennbare Strukturen im Bild muss die Probe ausreichend Kontrast enthalten [1].

Transmission-Elektronenmikroskop (TEM)

Bei einem TEM werden dünne Probe wird mit Elektronen durchstrahlt, welche durch die Streuung ihre Bewegungsrichtung ändern und ihre Energie durch inelastische Stöße verlieren. Die Elektronen, welche das Material durch elastische Stöße unter Erhaltung des Eintrittswinkels verlassen, werden in der hinteren Brennebene fokussiert. Die gestreuten Elektronen werden mit einer Blende abgeschirmt. Entweder wird dann das *Zwischenbild* (vergrößertes Lichtbild) oder das *Elektronenbeugungsbild* (Fokusebene) betrachtet.

- Auflösungsgrenze: einige nm bis μm
Dabei hängt die Auflösung von der Beschleigungsspannung ($80 \sim 400\text{kV}$) und der Materialdicke ab.
- Anforderung an Probe: Ultradünne Schnitte notwendig (10–100 nm) [3]

2.1 Arten und Vergleich der Mikroskope

Raster-Elektronenmikroskop (REM)

Bei einem REM wird durch einen Elektronenstrahl die zu untersuchende Probe zeilenförmig abgerastert. Dabei wird die Topografie (Oberfläche), die Kristallstruktur und Materialunterschiede der Probe auf einen Bildschirm mittels Sekundärelektronen und Rückstoßelektronen (siehe 2.3) mit entsprechenden Detektoren abgebildet. Weiterhin lässt ein REM eine Röntgenanalyse zu, wodurch auch eine Elementanalyse der Probe möglich ist.

- Auflösung: $\sim 10 \text{ nm}$
Das Auflösungsvermögen ist dabei von dem Strahlendurchmesser und dem Abbildungssignal abhängig und beträgt zwischen $1 \text{ nm} \sim 2 \text{ nm}$ in günstigen Verhältnissen. [2]
- Eindringtiefe in die Probe: $\sim 1 \mu\text{m}$
- Anforderung an Probe: Vakuumstabil und trocken mit leitender Oberflächenschicht (ggf. aufgetragene Beschichtung)

Das REM und seine Funktionsweise wird in weiteren Kapitel noch genauer betrachtet.

Die jeweiligen Mikroskope dennoch generelle Vorteile oder Nachteile, die im Folgendem betrachtet werden.

(REM,TEM) vs LM

- + Licht mit viel größerer Wellenlänge (380 nm) als Elektronen (Welle-Teilchen-Dualismus)(de-Broglie: 5 nm) \Rightarrow Erheblich bessere Auflösung
- (REM,TEM) benötigt Vakuum im Gang des Elektronenstrahl und elektromagnetische Linsen, während eine LM „nur“ Glaslinsen benötigt \Rightarrow Höherer technischer Aufwand [7]

REM vs TEM

- + Probenpräparation einfacher, da keine ultradünnen Schnitte der Probe erzeugt werden müssen
- + 3D-Abbildung der Oberfläche des Objekts \Rightarrow leicht verständliche Bilder
- geringere Vergrößerung und Auflösung
- Keine Aussage über innere Struktur der Probe [7]

2 Theoretischer Hintergrund

2.2 Aufbau eines Raster-Elektronenmikroskops

In diesem Versuch ist vor allem das Rasterelektronenmikroskop von besonderem Interesse. Dessen Aufbau wird in 2.1 dargestellt. In einer Mikroskopsäule durch eine thermische Wolframkathode (Elektronenquelle), welche von einem Wehnelt-Zylinder umschlossen ist, eine Elektronenwolke erzeugt. Diese Elektronenwolke wird durch eine Crossover Anode nach unten beschleunigt und wird durch die Kondensorlinsen (Elektronenlinsen) zu einem Elektronenstrahl fokussiert. Die Stigmatorien verhindern dabei, dass ein *axialer Astigmatismus* in der Abbildung auftritt. Der Durchmesser des Elektronenstrahls wird dann weiter nach unten durch die Kondensorlinsen und der Aperturblende (50 mm) elektronenoptisch verkleinert. Ablenkspulen sorgen dann für zeilenförmigen Abrasterung der Probe durch den Elektronenstrahl. Die verschiedenen Elektronen werden dann von einem Everheart-Thornley-Detektor und Halbleiterdetektor registriert und die entstehende Röntgenstrahlung von einem EDX-Detektor (siehe 2.4). Dabei dienen die registrierten Elektronen als Signal zur Helligkeitsmodulation des Bildes.

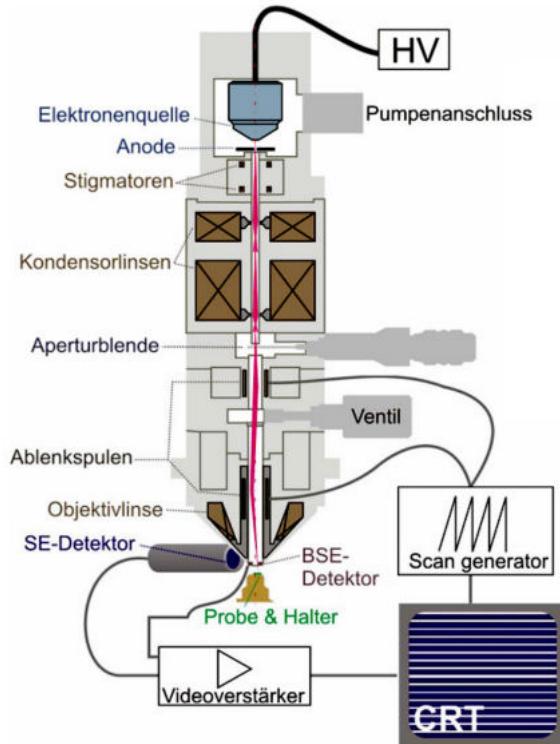


Abbildung 2.1: Aufbau Raster-Elektronenmikroskop [4]

Eine weitere wichtige Größe eines REM ist die **Schärfentiefe**. Die Schärfentiefe ist ein Maß, welches angibt in welchen Bereich oberhalb und unterhalb die Probe noch Scharf aufgelöst werden kann. Diese hängt von der Größe der Apertur und dem Arbeitsabstand ab. Dabei gilt eine kleine Blende und ein großer Arbeitsabstand besitzen eine hohe Schärfentiefe.

2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie

Durch Wechselwirkung des Primärelektronenstrahls (PES) (mit Primärelektronen (PE)) mit der Probe entstehen unterschiedliche Signale. In Abb. 2.2 wird schematisch dargestellt wie der PE mit der Probe reagiert. Dabei werden unterschiedliche Arten von Signalen erzeugt: Elektronensignal und Röntgenstrahlung sowie Lumineszenz. Für die Analyse des Stoffes ist nur die Röntgenstrahlung von Interesse, während das Elektronensignal für die Abbildung verantwortlich ist. Die Elektronen, welche von der Probe absorbiert werden, erzeugen einen Probenstrom, welcher über die Erde abgeleitet wird.

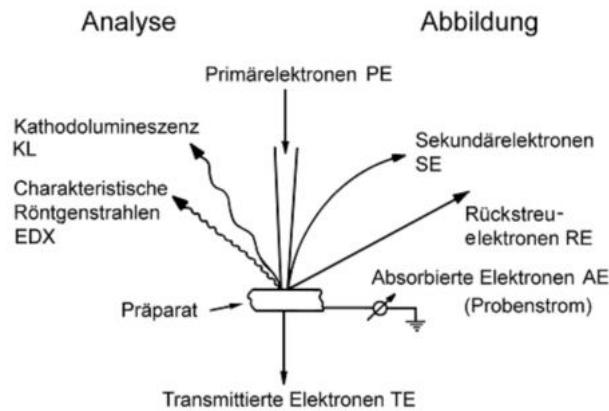


Abbildung 2.2: Signale eines REMs [4]

Das Volumen, in dem die Elektronen des Primärelektronenstrahls (PES) mit den Atomkernen der Probe wechselwirken, wird Streubirne oder Elektronendiffusionswolke genannt, wobei die Reichweite gewählten Anregungsspannung abhängt.

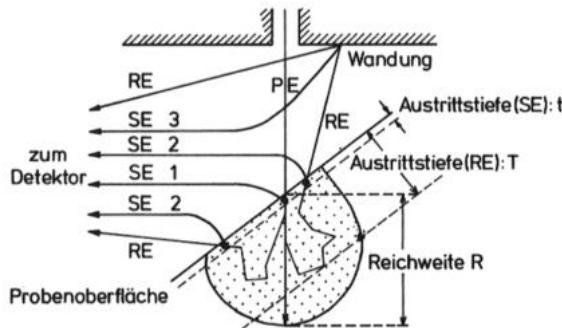


Abbildung 2.3: Elektronendiffusionswolke [6]

Elektronensignal

PE, welche elastisch an Atomkerne in der Probe gestreut werden und diesen unter großen Winkel verlassen, werden als **RückstreuElektronen (RE)**. RE haben dabei eine Energie $E > 50 \text{ eV}$, worunter auch schnellere SE fallen, aber diese sind von RE nicht unterscheidbar. Die ausgelösten RE stammen dabei aus einer Materialtiefe $T = 0,1\text{-}1 \mu\text{m}$ (siehe Abb. 2.3). Auch hängt die Ausbeute der RE von der Kernladungszahl des Materials ab [8].

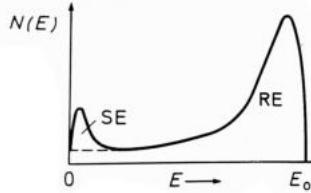
Weiterhin entsteht durch unelastische Streuung der PE langsame **Sekundärelektronen (SE)** mit Energie $E < 50 \text{ eV}$ und mit wahrscheinlichster Energie $\langle E \rangle = 1 - 5 \text{ eV}$, welche aus der Tiefe $t = 1\text{-}10 \text{ nm}$ (siehe Abb. 2.3) stammen und zur Hochauflösung des REM führen.

Die SE werden dann in Gruppen unterteilt:

- **SE 1:** Durch PE im Material erzeugte SE
- **SE 2:** Durch RE im Material erzeugte SE
- **SE 3:** Durch RE außerhalb des Materials erzeugte SE

Der Vorgang der Erzeugung unterschiedlicher SE ist in Abbildung 2.3 dargestellt. Aufgrund der unterschiedlichen Energien der SE und RE (siehe Abb. 2.4) kann man mit der richtigen Einstellung des Detektors die Art des Signals steuern, was später behandelt wird.

Abbildung 2.4: Schematische Energieverteilung der Anzahl von SE und RE bei normierter Energie [6]



Röntgenstrahlung

Bis zu einer Reichweite von $R = 500 \text{ nm}$ (siehe Abb. 2.3) entsteht eine Wechselwirkung des PES mit der Probe, wobei Elektronen aus der Atomhülle geschlagen werden. Elektronen aus höheren Zuständen können auf niedrigen Zustand herunterfallen und es entsteht Röntgenstrahlung. Diese Strahlung ist charakteristisch für das jeweilige Element.

Die emittierende Strahlung kann dann noch ein Elektron aus einer höheren Schale heraus schlagen, was als Auger-Elektron registriert wird. Bei Kernen mit kleiner Ordnungszahl ($Z < 20$) dominiert die Emission von Auger-Elektronen, bei höheren Ordnungszahlen überwiegt die Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung.

2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie

Weiterhin entsteht auch durch das Abbremsen von Elektron am Atomkern in der Probe das sogenannte Bremspektrum. Bei diesem Vorgang gibt das Elektron die überschüssige Energie in Form von Strahlung ab. Das Bremspektrum und die Röntgenstrahlung der Elektronen-Übergänge ergeben dann das charakteristische Röntgenspektrum.

2.4 Detektoren

Das Rasterelektronenmikroskop besitzt mehrere Detektoren, mit denen es möglich ist die unterschiedlichen zuvor besprochenen Signale zu verarbeiten. Hierfür sehen wir uns zuerst die Detektoren für die Elektronensignale und dann die für die Röntgenstrahlung an.

Elektronendetektoren

Everheart-Thornley-Detektor

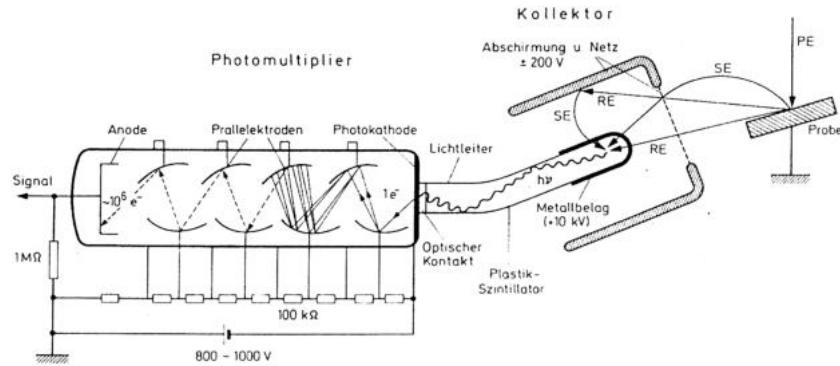


Abbildung 2.5: Everheart-Thornley-Detektor [6]

Der Everheart-Thornley-Detektor ist eine Kombination aus Szintillator und Photomultipliern (siehe Abb. 2.5). Dieser dient zur Detektierung von SE und RE. Die aus der Probe gelösten SE werden dabei von einem Netz des Kollektors mit positiver Spannung angesaugt (mit negativer Spannung können SE zurückgehalten werden \Rightarrow nur RE im Signal). Schnelle RE, welche einen wesentlich höheren Energie wie SE haben, passieren das Netz in beiden Fällen. Auf einer 50 nm dünnen, leitende Metallschicht auf der Oberfläche des Plastik-Szintillators liegt eine Spannung von 10 kV, welche die Elektronen vom Netz zum Szintillator beschleunigen. Dabei entstehen im Szintillator eine große Elektron-Loch-Paar, welcher proportional zur Spannung zwischen Probe und Kollektor und der Neigung der Probe zum Kollektor ist. Die Rekombination dieser Paare erzeugt Lichtquanten, wobei ein großer Teil strahlungslos rekombiniert. Dabei werden die erzeugten Photonen durch Totalreflexion in Richtung des Photomultipliern abgelenkt. Auf der Photokathode wird dann durch das Photon ein Elektron ausgelöst, wobei diese durch mehrere Prallelektrode auf 100 eV beschleunigt und Spannungsimpulse induzieren, welche wiederum elektronisch verstärkt werden können. Dabei führt jedes einfallende SE mindestens zu einem Spannungsimpuls. Die Spannungsimpulse sorgen dann für einen Steuerung der Bildschirmhelligkeit.

Halbleiterdetektor

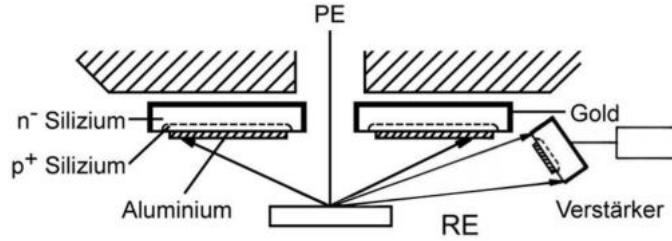


Abbildung 2.6: Halbleiterdetektor [4]

Halbleiterdetektoren sind im Grunde Dioden, welche in Sperrrichtung betrieben werden. Dafür eignen sich diese Detektoren besonders gut für die Untersuchung von REs. Durch das Aluminium, welches vor dem Halbleiter montiert ist (siehe Abb. 2.6), wird verhindert, dass emittierte Lichtquanten von der Probe mitdetektiert werden. Auch werden langsame SEs von der Al-Schicht absorbiert. Die RE erzeugen im Leiter Elektron-Loch-Paare, welche dann über den p-n-Übergang diffundieren können, wobei es dort zu Rekombinationen in der jeweiligen Schicht kommt oder diese auch getrennt werden. Durch die Trennung der Elektron-Loch-Paare fließt durch den Leiter ein Strom, welcher weiter verstärkt wird und wiederum zur Helligkeitsmodulation dient. Durch seine flache Bauform kann der Halbleiterdetektor nahe an der Probe angebracht werden und erlaubt damit im Gegensatz zum Everhart-Thornley-Detektor die Abbildung eines großen Raumwinkels.

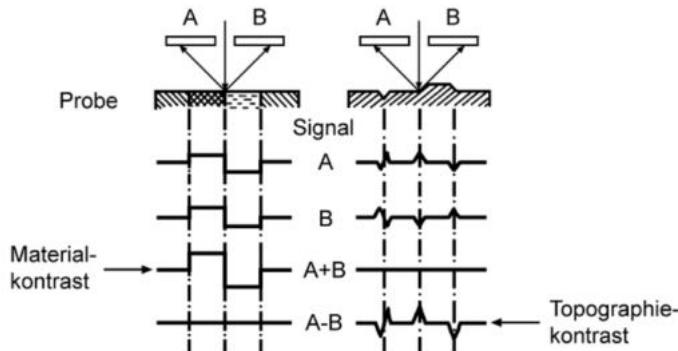


Abbildung 2.7: Compo- und Topomode [6]

Der Halbleiterdetektor kann in verschiedenen Modi betrieben werden (siehe Abb. 2.7). Den Compo- (Materialkontrast) und den Topo-Mode (Topographiekontrast). Weiterhin kann das verwendete Elektronenmikroskop in Praktikum den sogenannten Shadow-Mode, welcher es ermöglicht Compo- und Topo-Mode gleichzeitig darzustellen. Möglich gemacht wird dies mit Hilfe eines dritten Detektors, welcher leicht schräg angewinkelt ist (siehe Abb. 2.6).

2 Theoretischer Hintergrund

Röntgendetektoren

Si(Li)-Detektor und SDD-Detektor (Jetzt: Xray-Detektor)

Bei einem Si-Detektor handelt es sich im Grunde um eine in Sperrrichtung betriebenen Silizium-Diode. Dabei wird bei einer angelegten Sperrspannung eine ladungsträgerfreie Zone(intrinsische Zone) erzeugt. Durch die einfallenden Röntgenquanten werden Elektron-Loch-Paare erzeugt, die durch die angelegte Sperrspannung zu den Elektroden getrennt werden und dabei einen Spannungsimpuls verursachen. Für höhere Effizienz wird die Si-Diode mit Lithium dotiert, womit der Si(Li)-Detektor entsteht. Das Lithium fungiert als Donator und erzeugt mit den p-leitenden Charakter des Siliziums einen p-i-n-Übergang. Um das Driften der Lithium-Ionen zu verhindern, muss der Si(Li)-Detektor permanent gekühlt werden.

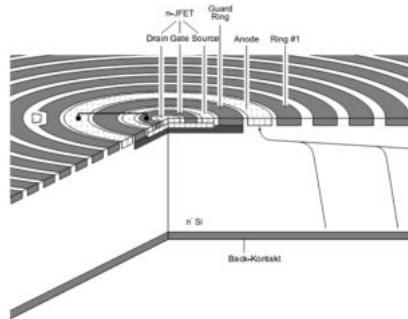


Abbildung 2.8: SDD-Detektor [4]

Ein Silizium Drift Detektor (SDD) besteht nur aus einem Silizium-Wafer, der mit ringförmigen Elektroden auf der obereren Seite besitzt. Hierbei weist die angelegte Spannung einen Gradienten auf, welcher von Innen nach Außen zunimmt. Als Signalverstärker fungiert ein Feldeffekt Transistor (FET) im Zentrum des Wafers. Der SDD besitzt dabei keine klassische Diodenstruktur und besteht dabei aus zwei gegenüberliegenden p+ dotierten Schichten mit n- dotierter Rückseite als Sammelelektrode. Bei Sperrspannung entsteht auch wieder eine ladungsträgerfreie Zone und ein Potenzialminimum im Zentrum des Wafers, wobei somit ein Spannungsgradient erzeugt wird, der die Elektronen (aus Elektron-Loch-Paar erzeugt durch Röntgenquant) zur Anode leitet und die Löcher zu den Driftringe (siehe Abb. 2.9).

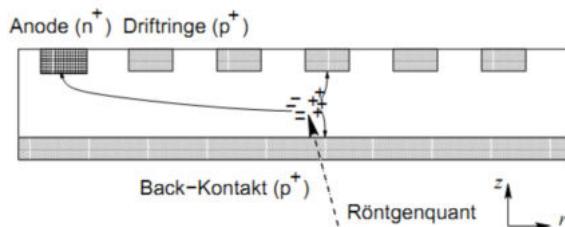


Abbildung 2.9: Driftfeld SDD-Detektor [4]

2.4 Detektoren

Der SDD nimmt dabei das klassische Röntgenspektrum (siehe Kapitel 2.3)) auf, wobei die K_{α} für die praktische Analyse am wichtigsten ist, da diese am wahrscheinlichsten entsteht. Die Aufnahme der Spektrallinien kann wellenlängendispersiv oder energiedispersiv erfolgen. Bei einem wellenlängendispersiven Spektrometer (WDS) werden jeweils auf eine Spektrallinie (mit Hilfe eines Analysatorkristall) direkt eingestellt, wodurch eine genaue Bestimmung der Intensität möglich ist. Bei einem energiedispersiven Spektrometer (EDS) wird simultan das gesamte Röntgenspektrum erfasst wird, was eine gute Übersicht über die auftretenden Linien gibt. Wichtig zu erwähnen ist, dass ein EDS auch bei rauen Oberflächen ohne Intensitätsabnahme verwendet werden kann, wobei die Messung nur qualitativ ist. Auch ist zu beachten, dass bei einem EDS Überlappungen auftreten können. Speziell die M- und L-Linien höherer Ordnungszahlen mit der mit den K-Linien niedrigen Ordnungszahlen können sich Überlappen.

In Abbildung 2.10 ist die Anordnung der Detektoren im Jeol JSM 6510 abfotografiert um einen Eindruck für das Aussehen der Detektoren zu schaffen.



Abbildung 2.10: Detektoren bei Jeol JSM 6510 [4]

2.5 Linsenfehler

Bei einem Elektronenmikroskop können auch aufgrund des Welle-Teilchen-Dualismus des Elektrons die bekannten Linsenfehler aus der Optik auftreten. Dabei gibt es folgende Linsenfehler:

1) Öffnungsfehler:

Starke Ablenkung und geringere Brennweite bei Strahlen, die in einem großen Abstand von der Achse einfallen. Dabei tritt statt des Brennpunkts ein Kreis mit kleinen Durchmesser auf und der Fehler nimmt mit wachsendem Arbeitsabstand zu (siehe Abb. 2.11a).

2) Farbfehler (Chromatische Fehler):

Brennweitendifferenz bei verschiedenen Wellenlängen, wobei dabei ein Zerstreuungskreis entsteht. Durch Stabilisierung der Beschleunigungsspannung und Lisenströme muss dieser Fehler nicht berücksichtigt werden (siehe Abb. 2.11b).

3) Axialer Astigmatismus:

Durch Fehler in den Elektronenlinsen und der Apperaturblende kann die Brennweite zweier aufeinander senkrecht stehenden ebenen Elektronenbündel eine unterschiedliche Größe haben (siehe Abb. 2.11c). Dabei kann der Astigmatismus als Wirkung einer überlagerten Zylinderlinse aufgefasst werden, welcher durch eine zusätzliche senkrechte Zylinderlinse (Stigmator siehe Kapitel 2.2) korrigiert werden kann.

4) Beugungsfehler:

Aufgrund Apperaturbegrenzung ist der Fokus nicht scharf, wodurch an einem Punkt neben dem Fokus Interferenzen entstehen und damit ein Beugungsbild (siehe Abb. 2.11d).

5) Zusätzliche Fehler:

Koma-, Verzeichnung- oder nichtaxiale Farbfehler werden durch kleine Aperturen und Zentrierung des Gerätes korrigiert.

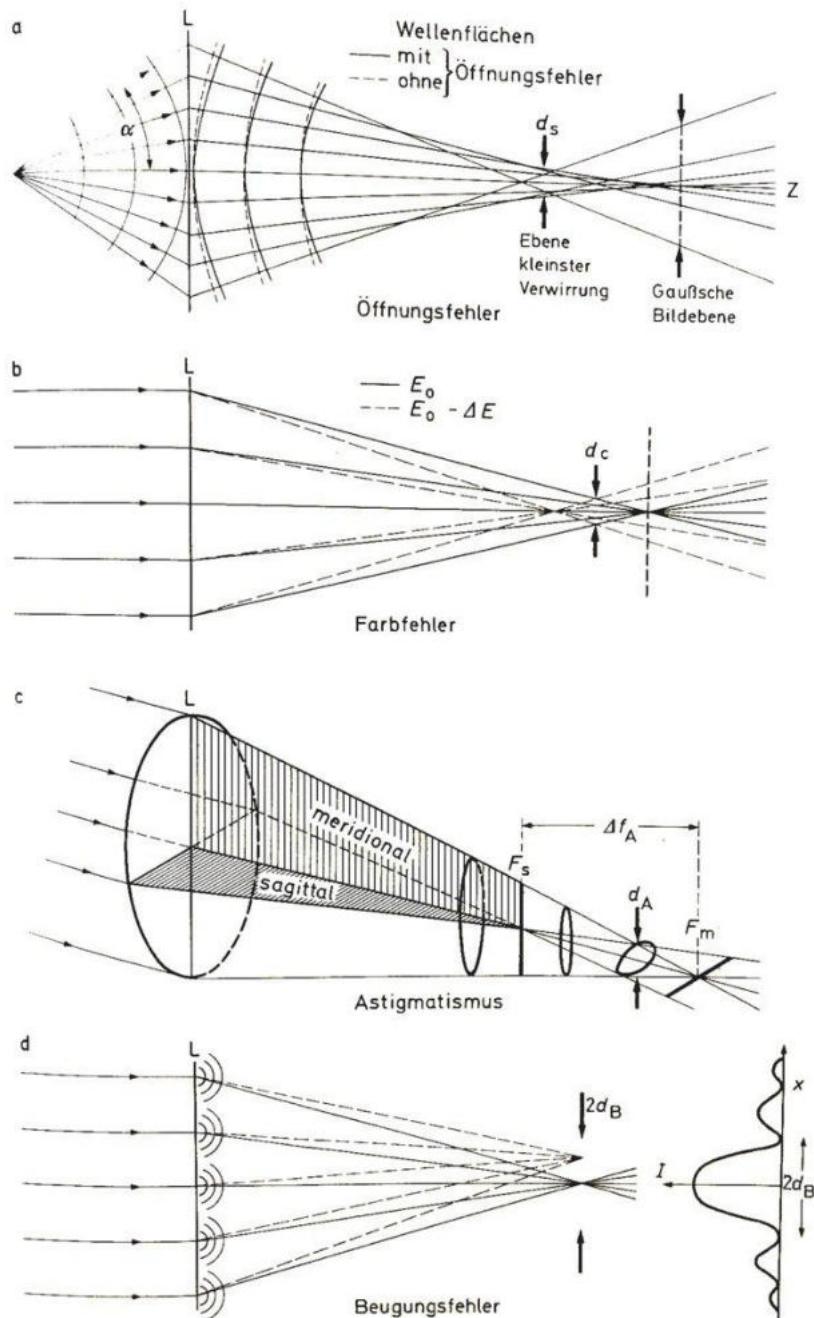


Abbildung 2.11: Linsenfehler [6]

2.6 Kontraste

Die Aufnahme der Bilder des REM erscheinen je nach Kontrast an bestimmten Stellen heller oder dunkler. Diese Kontraste sind sehr wichtig bei der Analyse solcher Bilder, weswegen wir diese nun in folgenden besprechen.

(1) Topografiekontrast

Die ausgelösten SE stammen wie vorher besprochen aus der oberen Schicht der Probe, womit die SE die Oberfläche der Probe wiedergibt. Je nach Ausbeute der SE können Flächen heller oder dunkler erscheinen, was den Topografiekontrast der Probe darstellt.

(2) Flächenneigungskontrast

Flächenneigungskontraste entstehen durch die Neigung der Probe hin zum Detektor (hier Everhart-Thornley), wodurch die Ausbeute der SE erhöht wird. Durch die Neigung wird die Streubirne (Abb 2.3) abgeschnitten, was zu einer Erhöhung der Fläche, aus welcher die SE treten können, führt. Diese Flächen erscheinen dann im Bild heller als die Flächen vom Detektor weggeneigt. In Abb. 2.12 zeigt hierbei die Entstehung und Aussehen des Flächenneigungskontrasts.

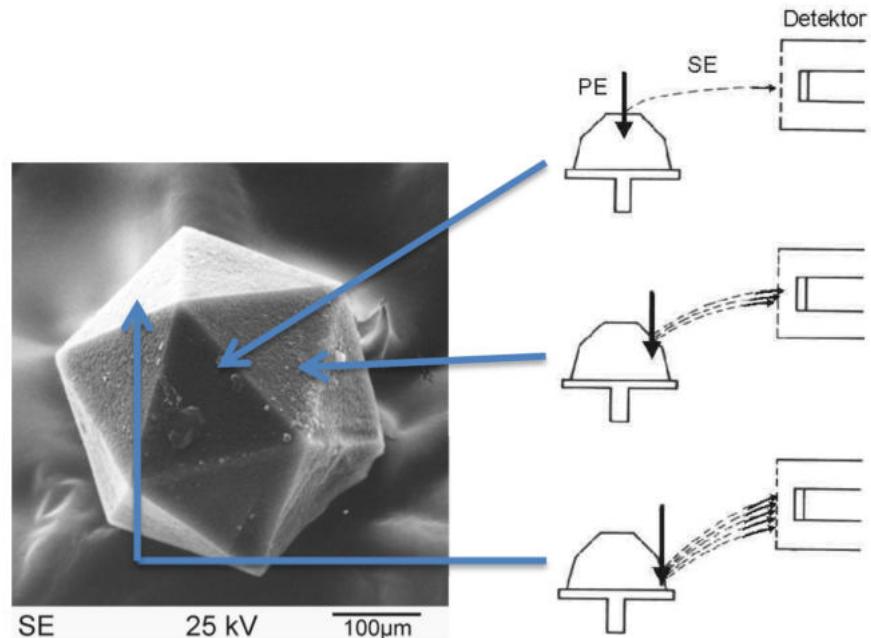


Abbildung 2.12: Darstellung Flächenneigungskontrast [4]

(3) Kanteneffekt

Wie in Kapitel 2.3 erwähnt können RE bei ihrem Austritt aus dem Material SE auslösen. Dies tritt sehr stark an Kanten auf, da dort mehr RE die Probe verlassen können (siehe Abb. 2.13). Dabei bewirkt der Kanteneffekt, dass die genaue Form der Kante sehr schlecht zu erkennen ist. Vermieden werden kann dies, indem die Primärenergie des Elektronenstrahls herabgesetzt wird.

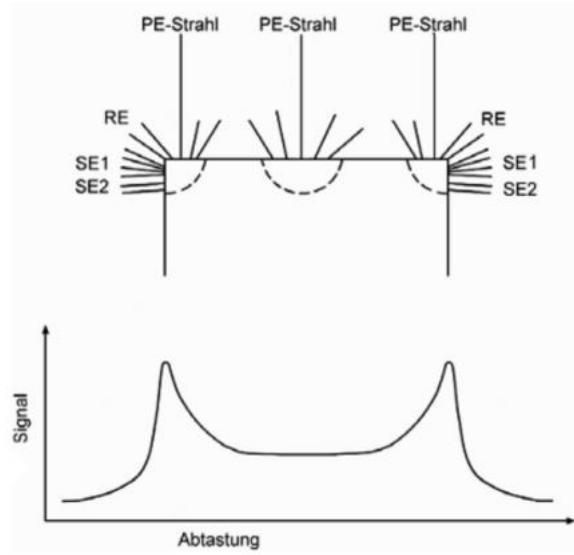


Abbildung 2.13: Kanteneffekt und Intensitätsverteilung [4]

(4) Abschattungskontrast

Im Schatten der Probe können ausgelöste RE und SE den jeweiligen Detektor nicht erreichen. RE, welche auf gradlinigen Bahnen zum Detektor gelangen können, erzeugen sehr scharfe Schattenkanten (siehe Abb. 2.14). Schwache Untergrundintensität im Schatten entstehen durch doppelten Rückstreuung der Elektronen an den Probenkammerwänden.

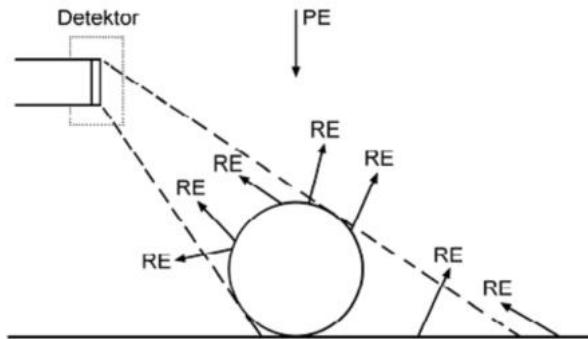


Abbildung 2.14: Entstehung Abschattenungskontrast [4]

2 Theoretischer Hintergrund

(5) Materialkontrast

Der Materialkontrast entsteht durch RE, wodurch Material unterschiedlich hell im Bild erscheinen. Dabei ist die Streuung der RE abhängig von der Kernladungszahl Z (siehe Abb. 2.15). Bei höheren Z ist auch der Materialkontrast höher. Wichtig ist dabei, dass die Fläche eben und der Compomodus (Kapitel 2.4) aktiviert ist.

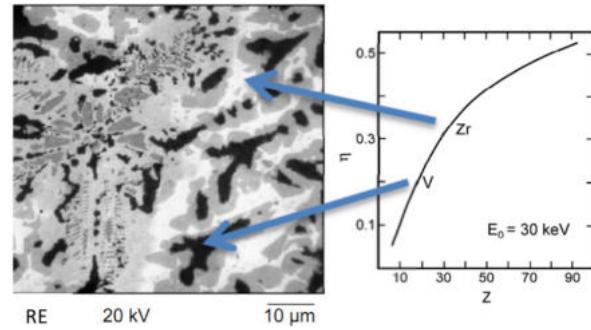


Abbildung 2.15: Materialkontrast in Abhängigkeit der Ordnungszahl

3 Messprotokoll

Für jede Aufnahme werden die Einstellungen des Mikroskops auf dem abgespeicherten Bild dokumentiert.

- SEI: Sekundär und RückstreuElektronen (Everhart-Thronley-Detektor)
- REF: RückstreuElektronen (Everhart-Thronley-Detektor)
- BEC: Combo-Mode (A+B) (Halbleiterdetektor)
- BET: Topo-Mode (A-B) (Halbleiterdetektor)
- BES: Shadow-Mode (Halbleiterdetektor)

Pfennig

Untersuchung der wichtigsten Einstellungsparameter des REM auf die Abbildungseigenschaft

1) Abhängigkeit der Darstellung auf Beschleunigungsspannung:

Wir verändern mehrfach die Beschleunigungsspannung und dokumentieren dieselbe Bildstelle. Dabei wechseln wir zw. den Modi

Datei: *a_Pfennig_0005.tif* bis *a_Pfennig_0017.tif*

Bemerkung:

- Bei BEC konnte bei kleiner Beschleunigungsspannung kein Bild erfasst werden
- Höhe bleibt bei 39,5 cm über den ganzen Versuchsteil unverändert

2) EDX-Messung:

Aufnahme des Röntgenspektrums auf glatter Oberfläche der Münze und im angebohrten Loch. Datei: *a_Pfennig_0018.tif, Oberfläche, Loch + Dateiendung*

2) Abhängigkeit der Darstellung Strahldurchmesser:

Wir verändern den Strahlendurchmesser von SS10 bis SS75.

Datei: *a_Pfennig_0019.tif* bis *a_Pfennig_0021.tif*

3 Messprotokoll

Fliege

Untersuchung einer Fliege bei Beschleunigungsspannung 10 kV.

- 1) Abbildung gesamtes Objekt:

Mehr Tiefenschärfe wird durch Vergrößerung des Arbeitsabstands erreicht. Datei:
b_Fliege_0022.tif

- 2) Segment Auge:

Datei: *b_Fliege_0023.tif* bis *b_Fliege_0026.tif, 26-1.PNG, 26-2.PNG* (Screenshots mit Maße)

- 3) Freie Bereichsauswahl:

Datei: *b_Fliege_0027.tif* bis *b_Fliege_0031.tif*

Zinnstandard

Grobe Aufnahme eines kleinen Bereichs:

Datei: *c_Zinn_0032.tif*

- 1) Variation des Strahlendurchmessers bei 20kV:

Datei: *c_Zinn_0033.tif* bis *c_Zinn_0035.tif*

- 2) Variation der Beschleunigungsspannung bei SS30:

Datei: *c_Zinn_0035.tif* bis *c_Zinn_0037.tif*

- 3) Variation Arbeitsabstands bei 20kV und SS30:

Die Arbeitsabstände werden dabei auf dem erstellten Foto abgespeichert.

Messfehler Skala: Ablesefehler $s_a=0,05$ mm Restfehler wird mit Ablesefehler abgeschätzt.

Zwei Messreihen, da kurzzeitig Orientierung verloren wurde.

Datei: *c_Zinn_0038.tif* bis *c_Zinn_0046.tif*

Schraube

Untersuchung von Bruchursache und Material der Schraube. Dabei nehmen wir Aufnahmen bei unterschiedlichen Modi auf zur Identifizierung der Bruchursache. Auffällig sind dabei drei Bereiche mit unterschiedlichen Materialien, welche mit dem EDX analysiert werden.

Datei: *d_Schraube_0039.tif* bis *d_Schraube_0055.tif, Dunkel1, Dunkel2, Hell1, Normal1 + Dateiendung*

Wunschprobe

Wahl fiel auf einen Microchip.

Datei: *e_Chip_0056.tif* bis *e_Chip_0063.tif, Chip + Dateiendung*

4 Auswertung und Diskussion

4.1 Pfennig

Begonnen wurde der Versuch mit der Aufnahme einer Kupfermünze, in diese wurden zwei Löcher gebohrt bzw. angebohrt, wobei eines mit einem anderen Material wieder gefüllt worden ist. Mithilfe dieser Probe sollten die Funktion des REM sowie verschiedene Einstellungsmöglichkeiten erkundet werden.

Die folgende Abbildung 4.1 zeigt eine Gesamtaufnahme des "schwarzen" Lochs.

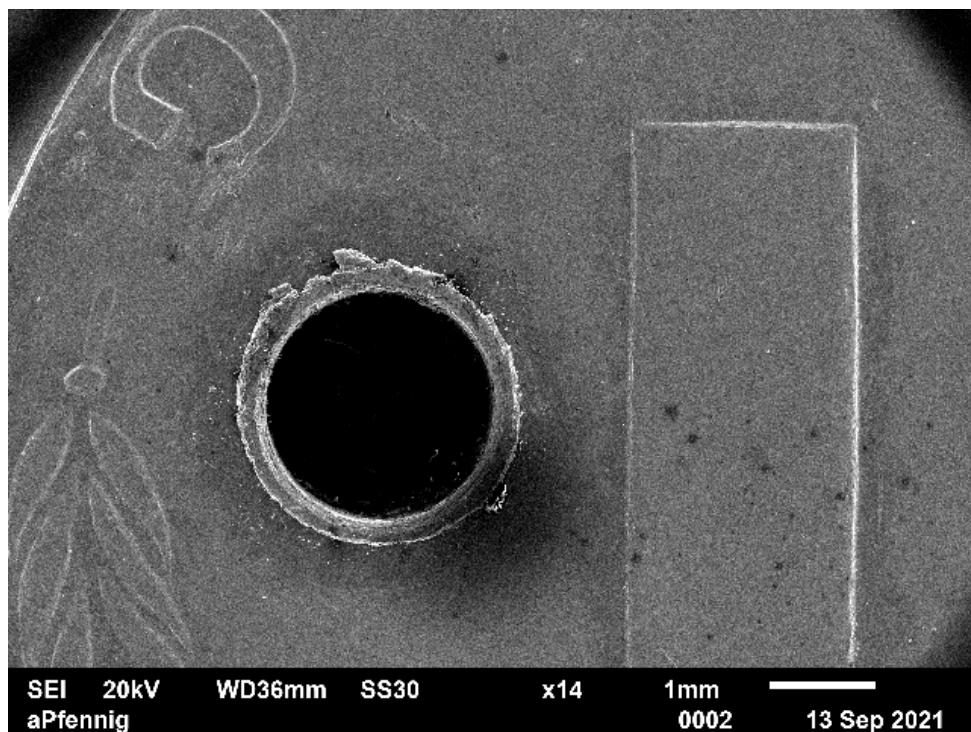


Abbildung 4.1: Großaufnahme des "schwarzen" Lochs

4 Auswertung und Diskussion

Aufnahmen bei verschiedenen Parametern

Als Erstes wurde der Everhart-Thronley-Detektor im SE und RE Modus (SEI) verwendet und dabei die Beschleunigungsspannung variiert.

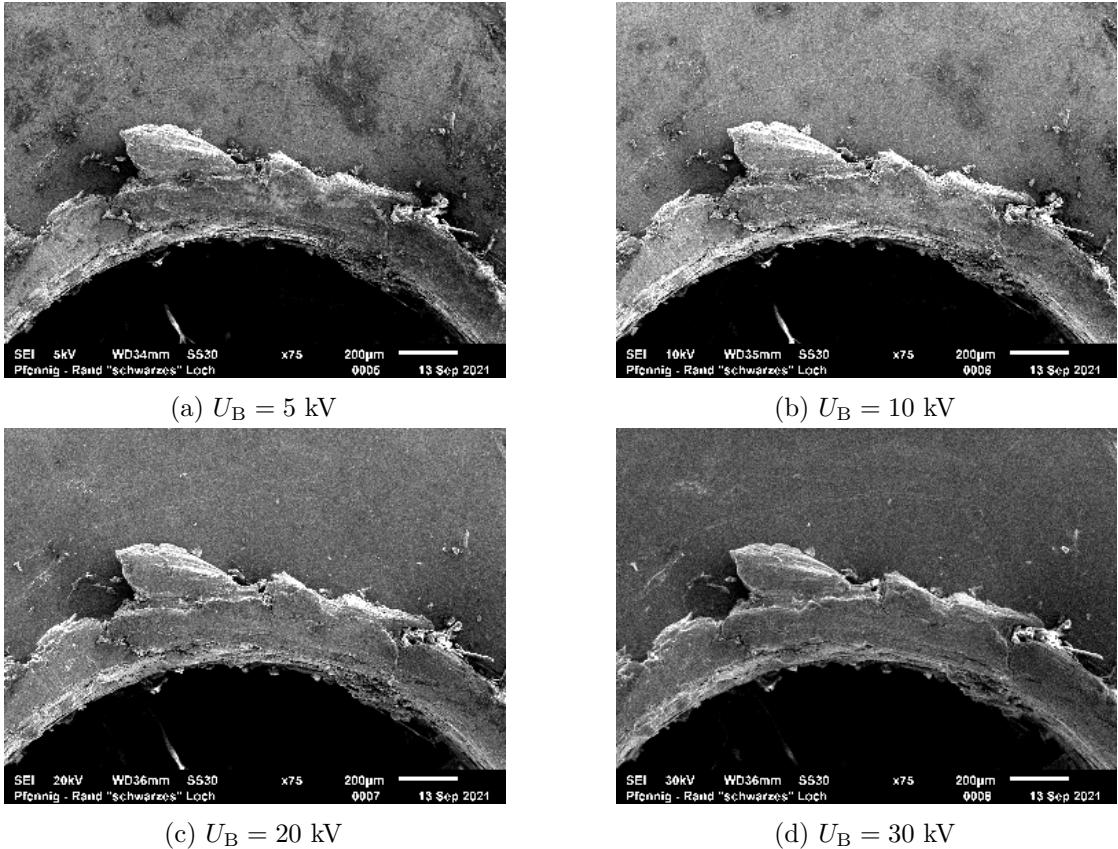


Abbildung 4.2: SEI bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Für niedrige Spannungen sind zunehmend Flecken auf der glatten Fläche zu erkennen, was möglicherweise durch Verunreinigungen auf der Probenoberfläche verursacht wird, welch bei niedrigerer Energie der Elektronen mehr ins Gewicht fallen. Elektronen mit niedriger Energie werden durch diese Rückstände weiter entschleunigt, weshalb dann dunkle Flecken zu erkennen sind. Die Probe ist im Allgemeinen für höhere Spannungen besser zu erkennen.

4.1 Pfennig

Als Nächstes wurde der Everhart-Thronley-Detektor im RE Modus (REF) verwendet und dabei ebenfalls die Beschleunigungsspannung variiert.

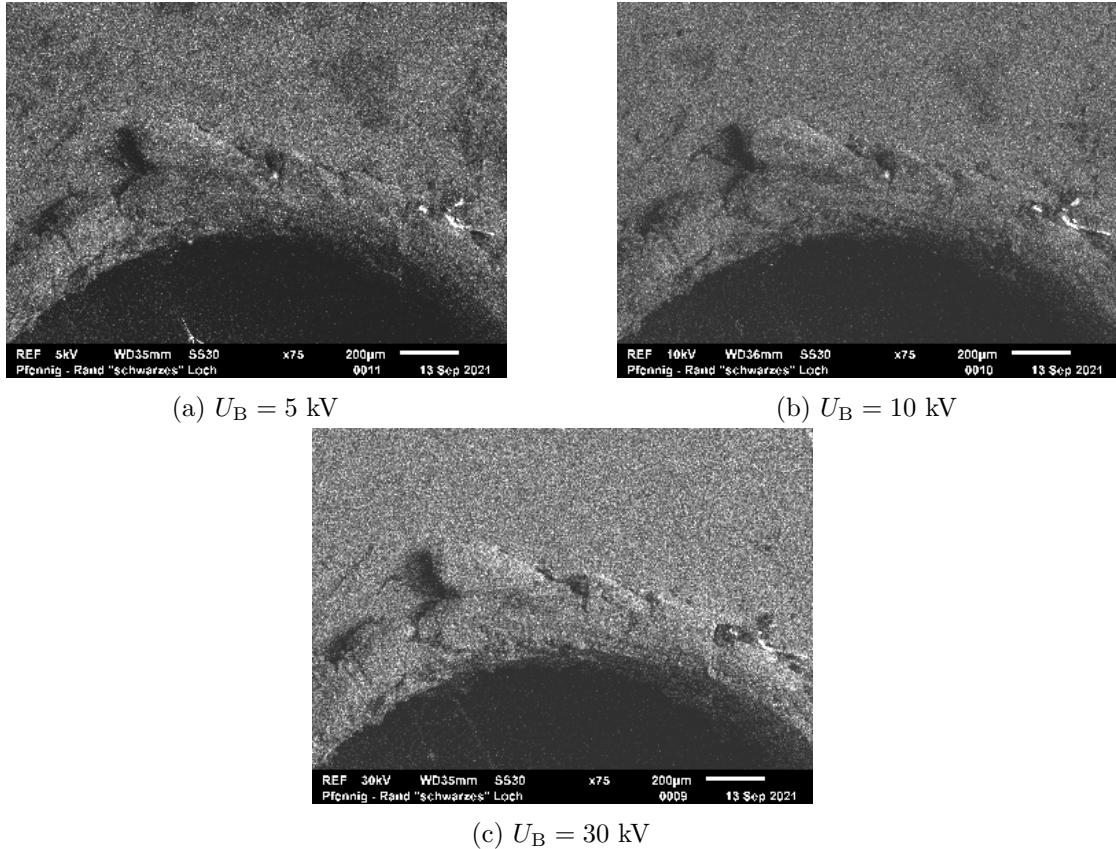


Abbildung 4.3: REF bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Genau wie oben, im Abschnitt 4.1, sind auch im REF Betrieb bei niedriger Energie der Primärelektronen dunkle Flecken zu erkennen. Auch ist das Bild für kleinere Beschleunigungsspannungen verschwommener.

Weiterhin sind Abschattungskontraste im Bild zu erkennen, was mit dem verwendeten Betriebsmodus zusammenhängt. Das Zustandekommen dieses Effektes wird in Abschnitt 2.6 genauer erklärt.

4 Auswertung und Diskussion

Das gleich wurde auch für den Halbleiterdetektor im Compo-Mode (BEC) gemacht.

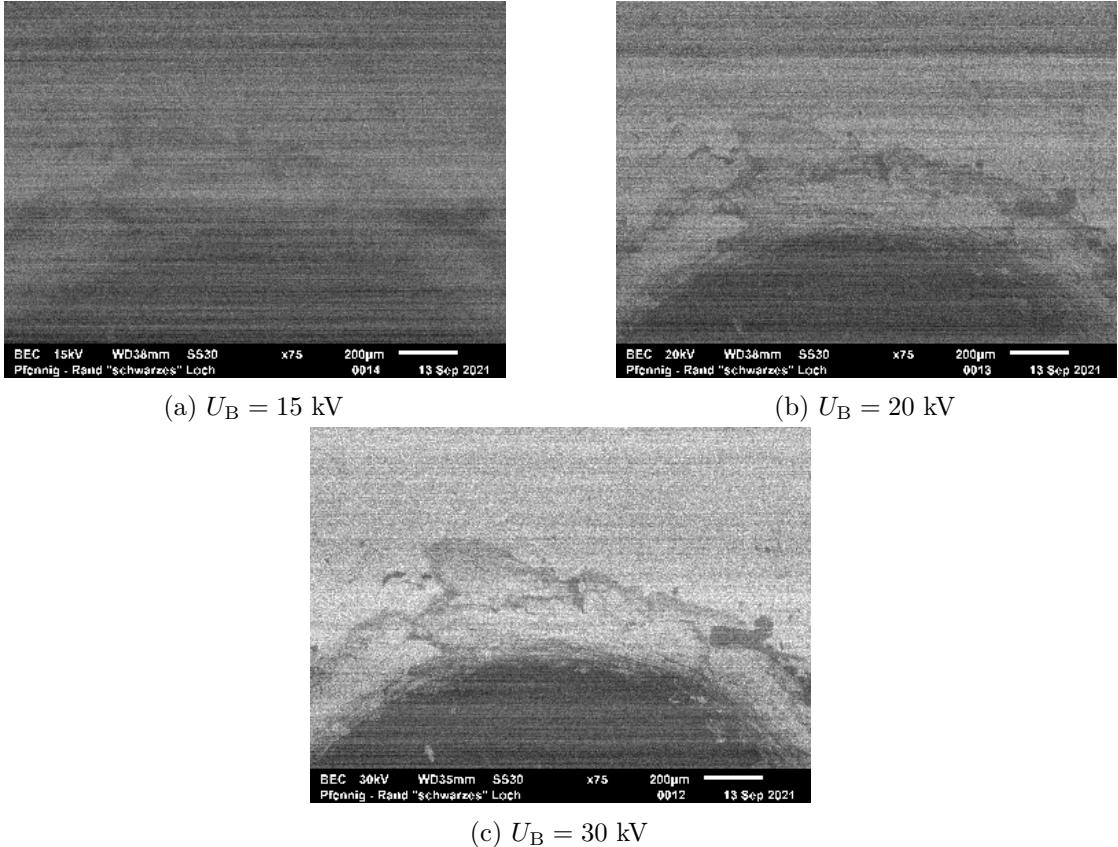
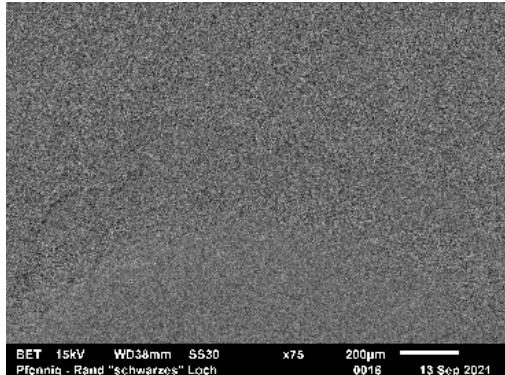


Abbildung 4.4: BEC bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

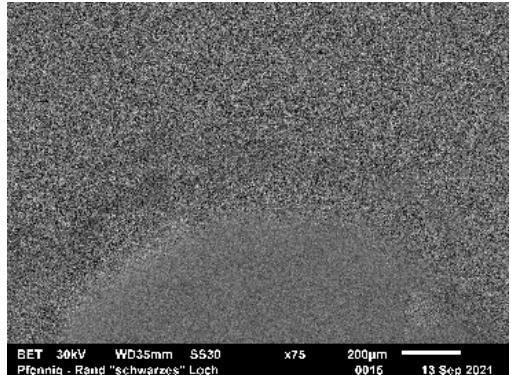
Hier fällt sofort auf, dass die Bildqualität rapide mit der Beschleunigungsspannung abfällt. Also muss ein PE Strahl mit niedriger Energie weniger RückstreuElektronen erzeugen, welche den Halbleiterdetektor erreichen. Außerdem ist aufgrund des Compomodus, welcher wie in Abschnitt 2.6 erklärt wird Materialunterschieden deutlich macht, erkennbar, dass sich das Loch deutlich abzeichnet.

4.1 Pfennig

Auch für den Halbleiterdetektor im Topo-Mode (BET) wurde die Beschleunigungsspannung variiert.



(a) $U_B = 15 \text{ kV}$



(b) $U_B = 30 \text{ kV}$

Abbildung 4.5: BET bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Für die Bilder im BET Modus lassen sich wenig Aussagen machen, da die Bildqualität im Allgemeinen sehr schlecht ist. Es lassen sich nur kannten erkennen, was im Topo-Mode keine Überraschung ist. Außerdem liegt die Vermutung nahe, dass die Einstellung des Fokus für $U_B = 30 \text{ kV}$ nicht optimal gewählt wurde.

4 Auswertung und Diskussion

Außerdem wurde eine Stelle, am Rand des gefüllten Lochs, mit verschiedenen Stahldurchmessern aufgenommen.

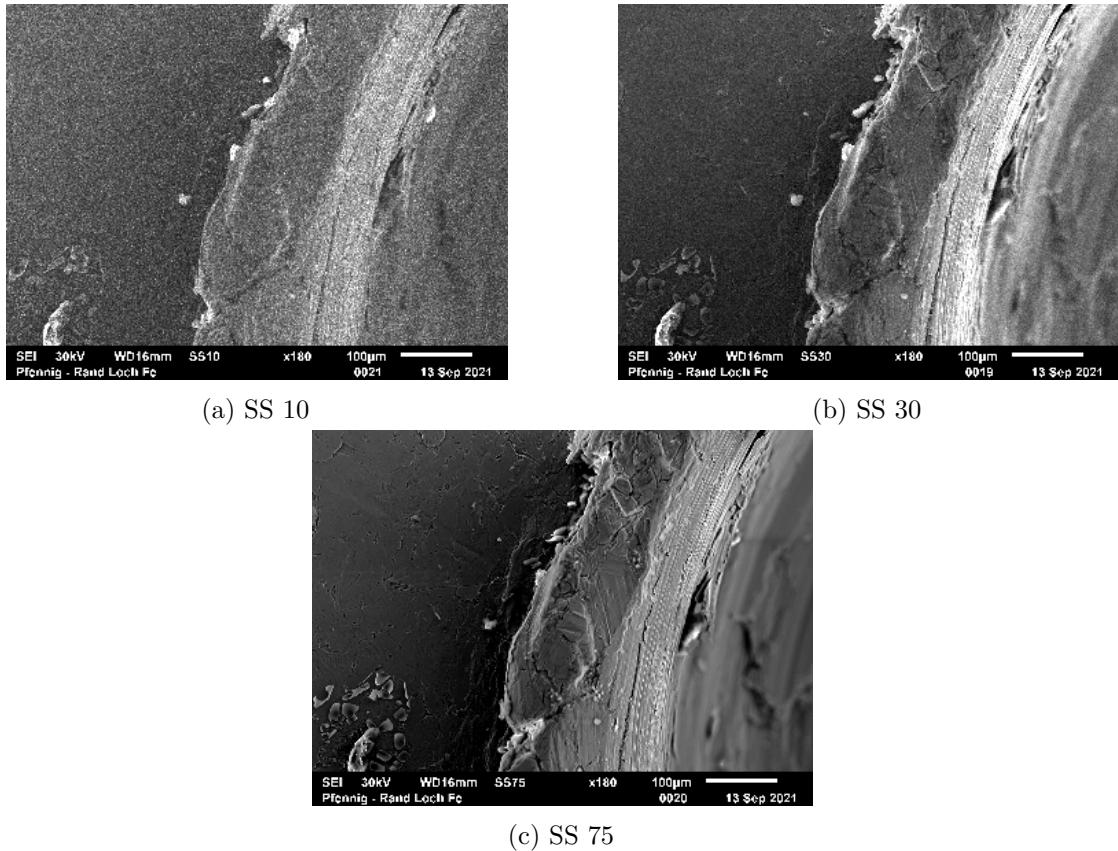


Abbildung 4.6: SEI bei unterschiedlichen Strahldurchmessern

Hier fällt auf, dass die Bilder mit abnehmenden SS körniger werden und somit auch weniger Details zu erkennen sind. Außerdem wird der Kontrast mit zunehmenden SS besser, was aber auch durch unterschiedliche Kontrasteinstellung verursacht werden kann.

EDX Analyse

Nun sollen das Röntgenspektrum der Münze, sowie des andersartigen Lochs mithilfe des EDX Detektors aufgezeichnet werden. Mit dessen Hilfe kann die Materialzusammensetzung ermittelt werden.

Zuerst wurde das Spektrum des Grundmaterials der Münze aufgenommen:

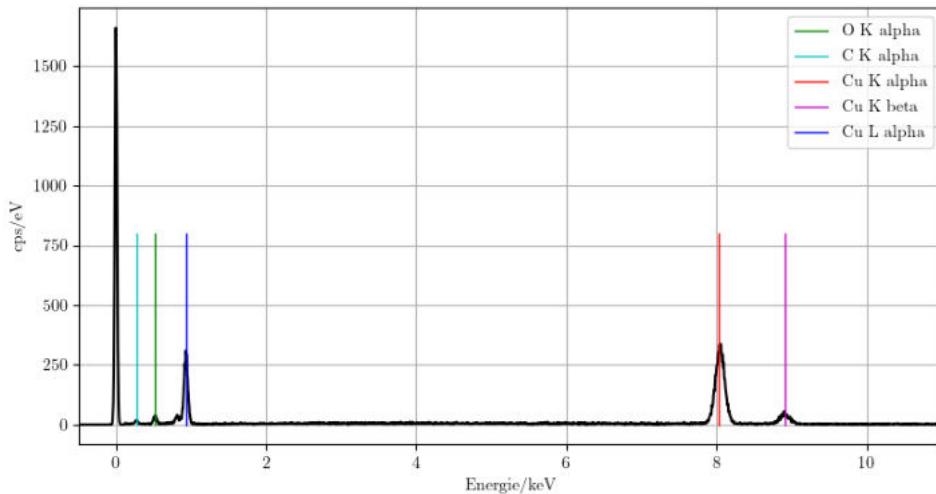


Abbildung 4.7: Röntgenspektrum der Münze

Die EDX Analyse wird weitestgehend automatisch vom Computer übernommen. Nach Aktivierung der Messung wird ein Röntgenspektrum aufgezeichnet. Anhand der Peaks werden die enthaltenen Elemente bestimmt und anhand der Intensität dieser wird die Konzentration der jeweiligen Stoffe durch den PC ermittelt.

| Element | OZ | Serie | unn. C [Gew. %] | norm. C [Gew. %] | Atom. C [At. %] | Fehler (1 Sigma) [Gew. %] |
|---------|----|-------|--------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| C | 6 | K | 13,96 | 11,87 | 23,84 | 35,27 |
| O | 8 | K | 10,72 | 9,11 | 20,33 | 3,41 |
| Cu | 29 | K | 92,94 | 79,02 | 44,40 | 2,50 |

Tabelle 4.1: Ergebnisse der EDX-Analyse der Münze

Nach der Analyse geht klar hervor das Kupfer den größten Anteil ausmacht, was bei einer Kupfermünze alles andere als verwunderlich ist. Die Übrigen Bestandteile, Kohlenstoff und Sauerstoff, sind wohl auf organische Verunreinigungen zurückzuführen.

4 Auswertung und Diskussion

Anschließend wurde das Spektrum des Materials in dem hellen Loch aufgenommen:

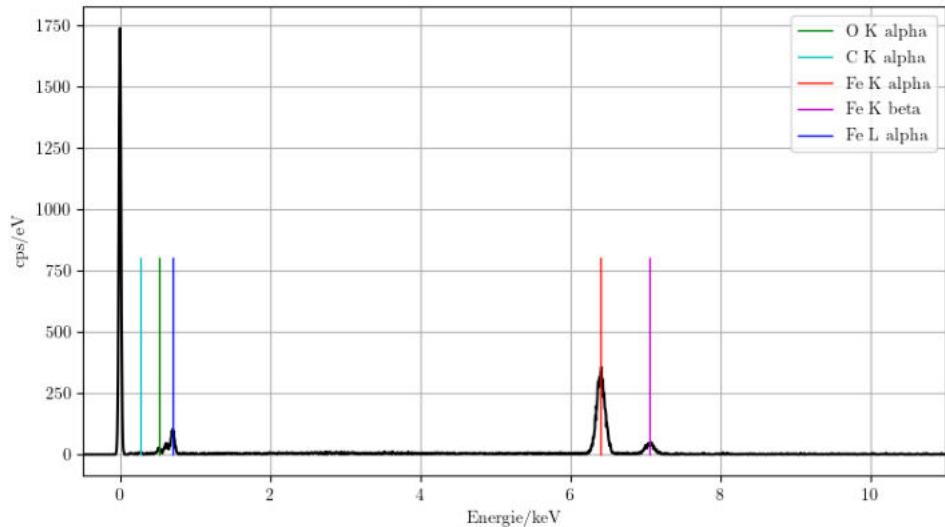


Abbildung 4.8: Röntgenspektrum des hellen Lochs

| Element | OZ | Serie | unn. C [Gew. %] | norm. C [Gew. %] | Atom. C [At. %] | Fehler (1 Sigma) [Gew. %] |
|---------|----|-------|--------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| C | 6 | K | 7,06 | 7,57 | 23,84 | 4,17 |
| O | 8 | K | 7,52 | 8,06 | 19,05 | 2,83 |
| Fe | 26 | K | 78,68 | 84,36 | 57,11 | 2,19 |

Tabelle 4.2: Ergebnisse der EDX-Analyse des hellen Lochs

Das Ergebnis der Zweiten EDX Analyse zeigt hingegen, dass das helle Loch neben den organischen Verunreinigungen vor allem Eisen enthält. Was nahelegt, dass dieses Loch mit Eisen gefüllt worden ist.

4.2 Fliege

Als nächste Probe wurde eine Fliege untersucht. Da es sich hierbei um organisches Material handelt, wurde sie mit Gold bedampft, um eine Untersuchung möglich zu machen. Weiterhin ist darauf zu achten, die Beschleunigungsspannung nicht zu groß (ca. 10 kV) einzustellen, da die Probe sonst beschädigt werden kann.

Zuerst wurde die Fliege im Ganzen aufgenommen. Um dabei eine höhere Tiefenschärfe zu erreichen wurde ein großer Arbeitsabstand eingestellt.

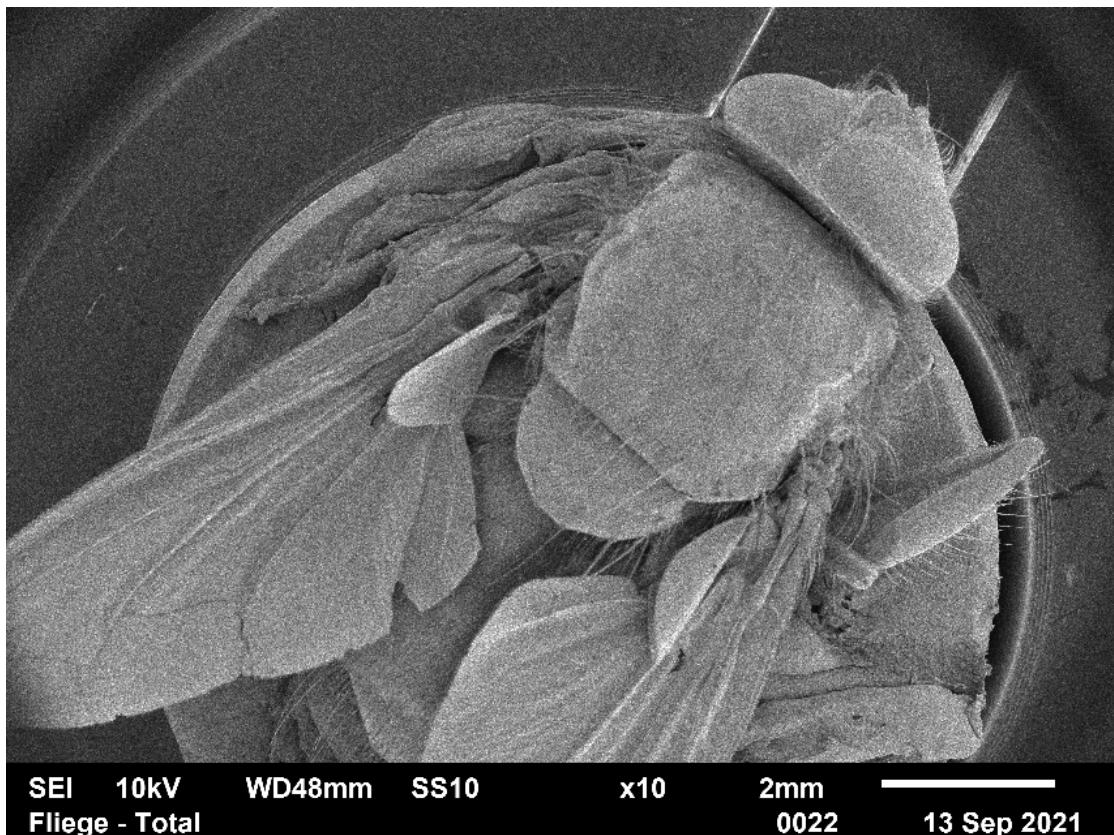


Abbildung 4.9: Gesamtaufnahme der Fliege

4 Auswertung und Diskussion

Als Nächstes wurde ein Segment des Facettenauges vermessen, hierfür wurde die Augen der Fliege (in Abbildung 4.9 rechts oben) genauer betrachtet. In Abbildung 4.10 ist ein

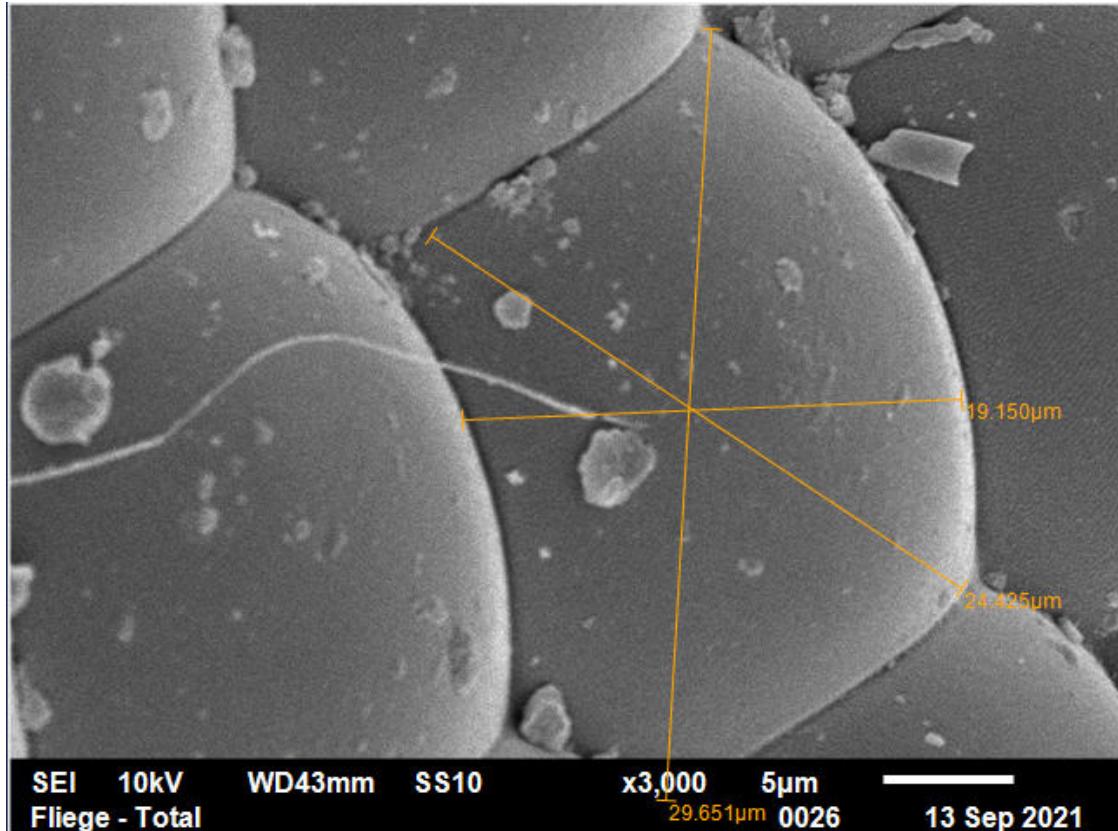


Abbildung 4.10: Segment eines Facettenauges der Fliege mit Bemaßung

Segment des Fliegenauges und die Maßlinien, welche mit dem Vermessungstool der REM Software erzeugt wurden, zu erkennen. Die Körnchen die auf der Oberfläche zu erkennen sind, sind Verunreinigungen wie z.B. Staubkörner.

Der Durchschnitt der Maßangaben beträgt 24,41 µm.

4.3 Zinnstandart

In diesem Abschnitt sollen der Einfluss des Strahldurchmessers, der Beschleunigungsspannung und des Arbeitsabstands genauer beleuchtet werden.

Zuerst wird dazu der Strahldurchmesser variiert.

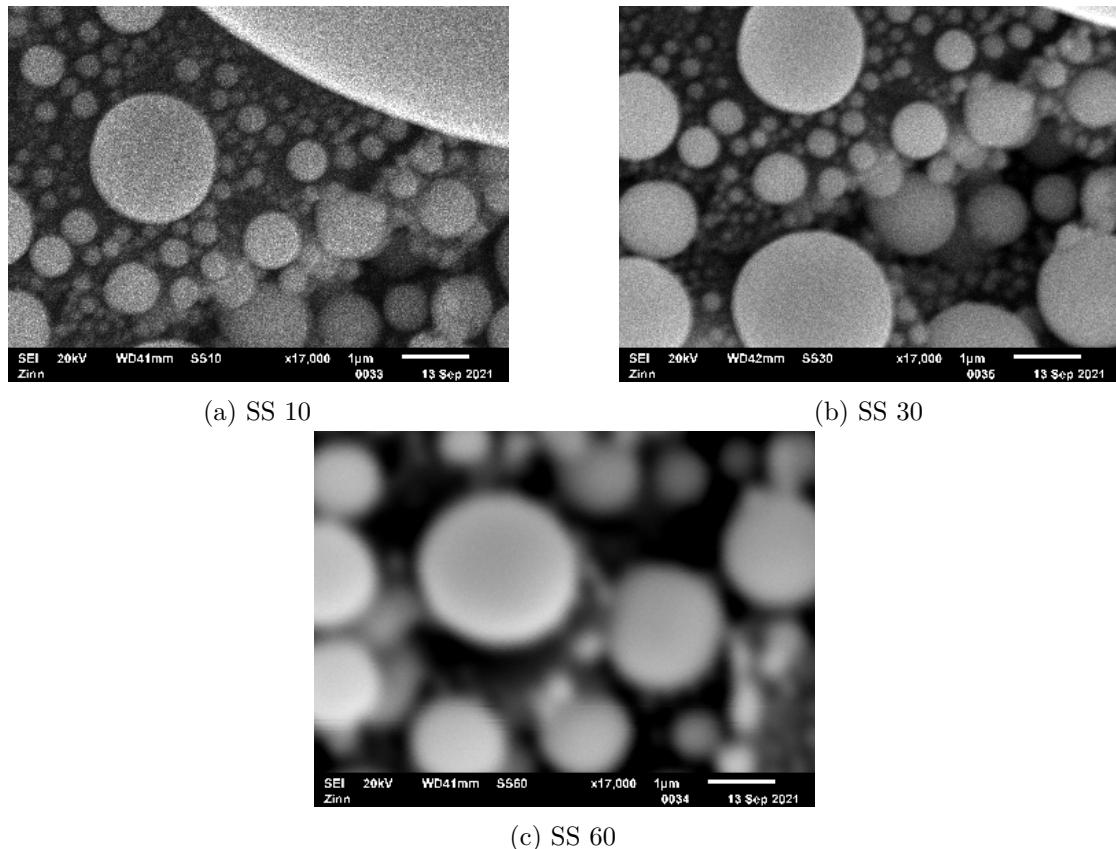


Abbildung 4.11: Zinstandart bei verschiedenen Strahldurchmessern

Es fällt auf, dass mit größerem SS die Schärfe und die Auflösung der Aufnahmen schlechter wurden. Es ist jedoch nicht der wirklich der gleiche Bildausschnitt zu erkennen, die Veränderungen sind aber deutlich unabhängig davon zu erkennen.

4 Auswertung und Diskussion

Außerdem wird auch die Beschleunigungsspannung variiert.

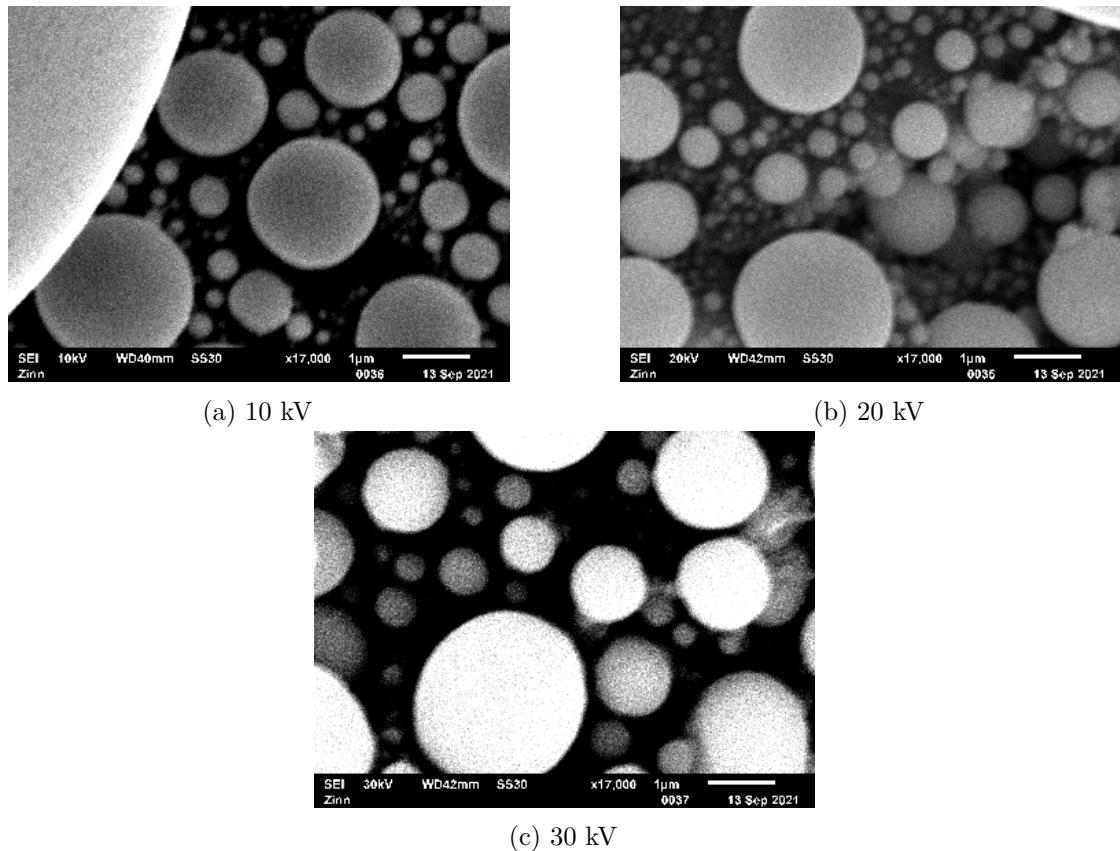
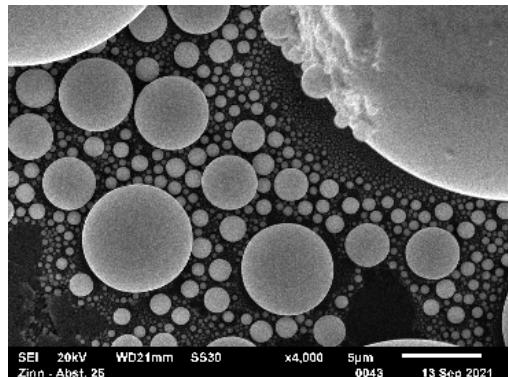


Abbildung 4.12: Zinstandart bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen

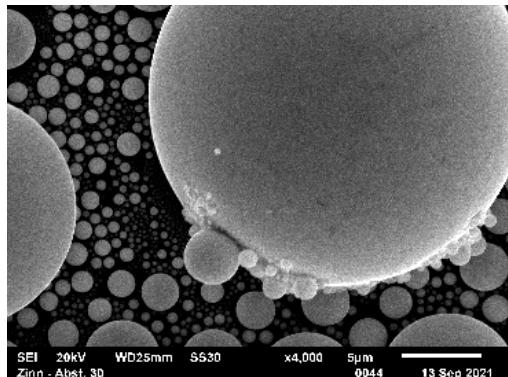
Es fällt auf, dass bei 20 kV sehr viele Kugeln im Hintergrund zu erkennen sind, wohingegen dies bei 30 kV fast gar nicht mehr der Fall ist. Es scheint nicht so als würde die Beschleunigungsspannung hier einen konkreten Unterschied bewirken, da keine klare Tendenz zu erkennen ist. Jedoch haben wir auch hier das Problem, dass die Bildausschnitte nicht gut übereinstimmen. Darum gestaltet sich der Vergleich auch dementsprechend schwierig.

4.3 Zinnstandart

Zum Schluss wurde dann der Arbeitsabstand variiert.



(a) Arbeitsabstand 25 mm



(b) Arbeitsabstand 30 mm

Abbildung 4.13: Zinnstandart bei unterschiedlichem Arbeitsabstand

Hier wurden bewusst nur zwei Bilder ausgewählt, da die Unterschied ausreichend deutlich zu erkennen sind. Außerdem dienen die kleinen Kugeln auf der Oberfläche der großen, in Abbildung 4.13 als Landmarken. In Bezug auf den Arbeitsabstand fällt auf, dass mit dessen Verringerung mehrere kleinere Kugeln in den hinteren Ebenen zu erkennen sind.

4 Auswertung und Diskussion

4.4 Gebrochene Schraube

In folgenden Versuchsteil soll die Bruchursache einer Schraube ermittelt werden.

Im ersten Schritt wurden hierzu Bilder der Bruchfläche mit verschiedenen Detektoren aufgenommen. Für einen ersten Eindruck wurde der SEI Modus verwendet, um die Struktur

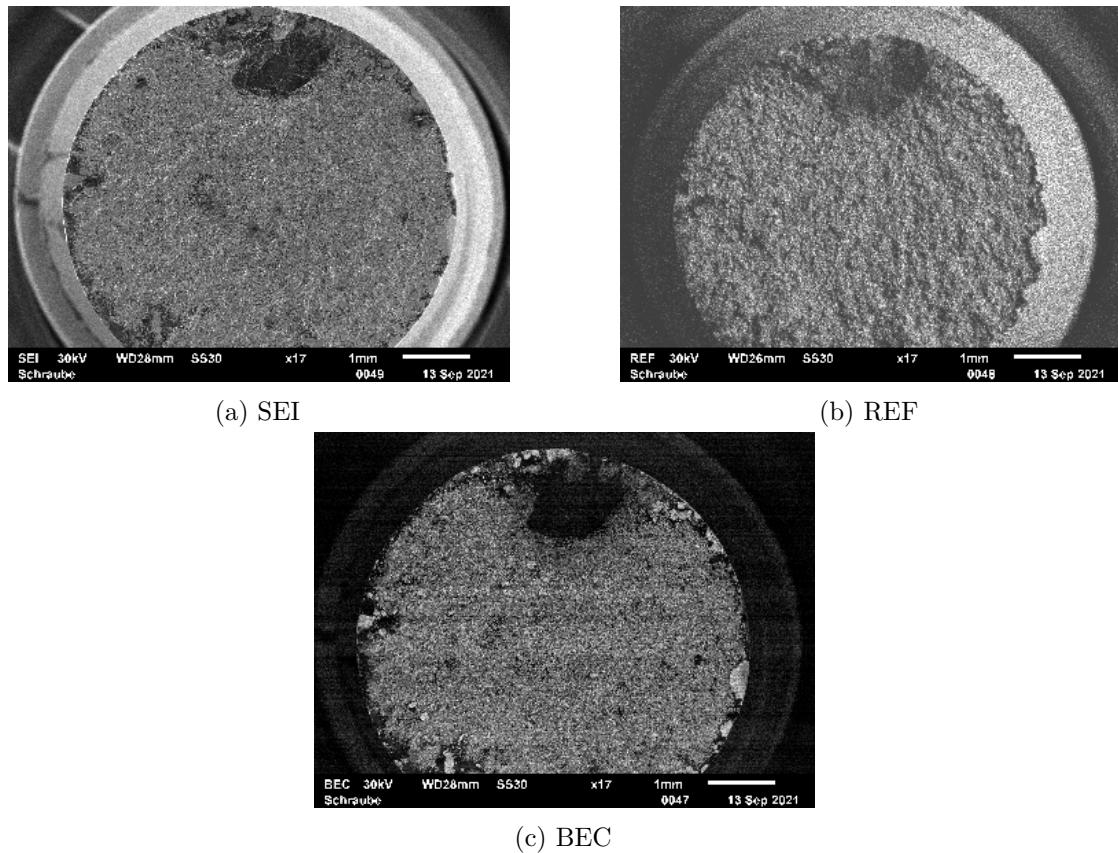
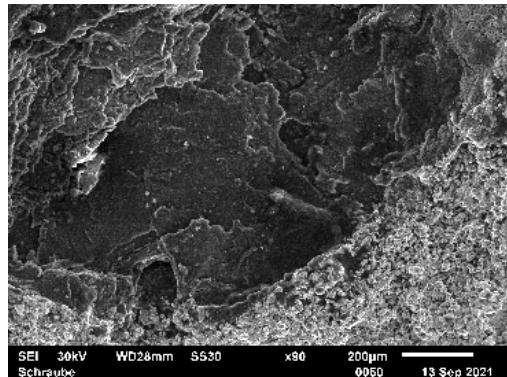


Abbildung 4.14: Bruchfläche der Schraube mit unterschiedlichen Detektoren

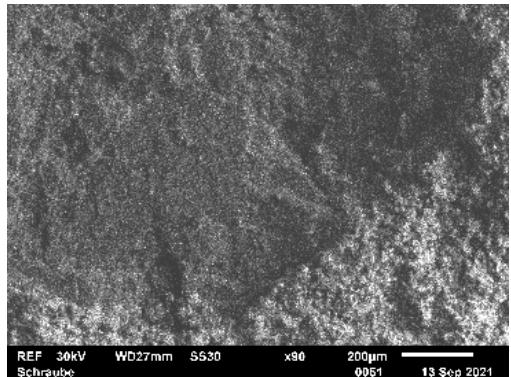
der Fläche zu untersuchen, wurde der REF Modus verwendet. In allen Aufnahmen und besonders im letzten Bild, im BEC Modus, sind drei unterschiedliche Zonen, bzgl. der Helligkeit, zu erkennen. Zum Einen ein recht auffälliger dunkler Fleck im oberen Teil, daneben mehrere kleinere hellere Zonen, die sich am Rand der Fläche zu konzentrieren und der übrige Teil der Schraube, dessen Helligkeit zwischen den beiden anderen Zonen liegt.

4.4 Gebrochene Schraube

Als Nächstes wurde eine Nahaufnahme des dunklen Flecks angefertigt.



(a) SEI



(b) REF

Abbildung 4.15: Nahaufnahme der Kante des dunklen Flecks

Aus diesen Aufnahmen geht hervor, dass der dunkle Fleck mit einer Vertiefung einhergeht, was durch den Schatten im REF Bild zu erkennen ist. Außerdem unterscheidet sich die Textur deutlich. Im dunklen Bereich gibt es mehr ebene Flächen, wohingegen der hellere Bereich deutlich rauer ist. Das lässt darauf schließen, dass sich im dunklen Bereich eine Verunreinigung evtl. ein Fremdpartikel befand.

4 Auswertung und Diskussion

Nun soll eine EDX Analyse über die Materialzusammensetzung des dunklen Flecks Aufschluss geben.

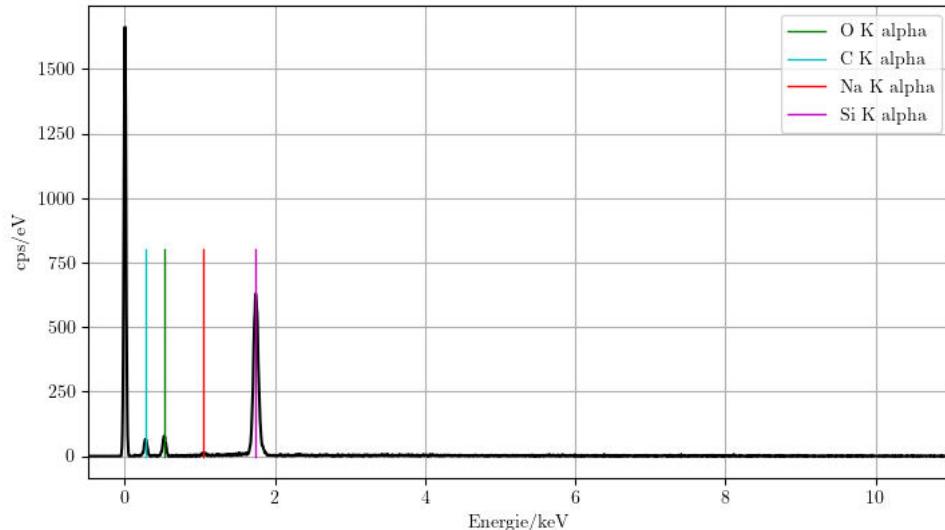


Abbildung 4.16: Röntgenspektrum des dunklen Flecks

| Element | OZ | Serie | unn. C [Gew. %] | norm. C [Gew. %] | Atom. C [At. %] | Fehler (1 Sigma) [Gew. %] |
|---------|----|-------|--------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| C | 6 | K | 56,69 | 43,02 | 55,43 | 14,77 |
| O | 8 | K | 41,46 | 31,46 | 30,43 | 10,20 |
| Na | 11 | K | 0,89 | 0,67 | 0,45 | 0,16 |
| Si | 14 | K | 32,74 | 24,85 | 13,69 | 1,56 |

Tabelle 4.3: Ergebnisse der EDX-Analyse des dunklen Bereichs

Es fällt auf, dass kein Metall, welches in Schrauben üblicherweise verwendet wird, gefunden wurde. Dies bekräftigt die Theorie, nach welche der dunkle Fleck durch eine Verunreinigung entstanden ist.

4.4 Gebrochene Schraube

Des Weiteren zeigt eine Nahaufnahme der hellen Gegenden, dass sich diese durch eine gewisse Erhabenheit auszeichnen, was durch die zu erkennende Kante im Bild deutlich wird. Außerdem erscheint die Oberfläche in diesem Bereich ebener.

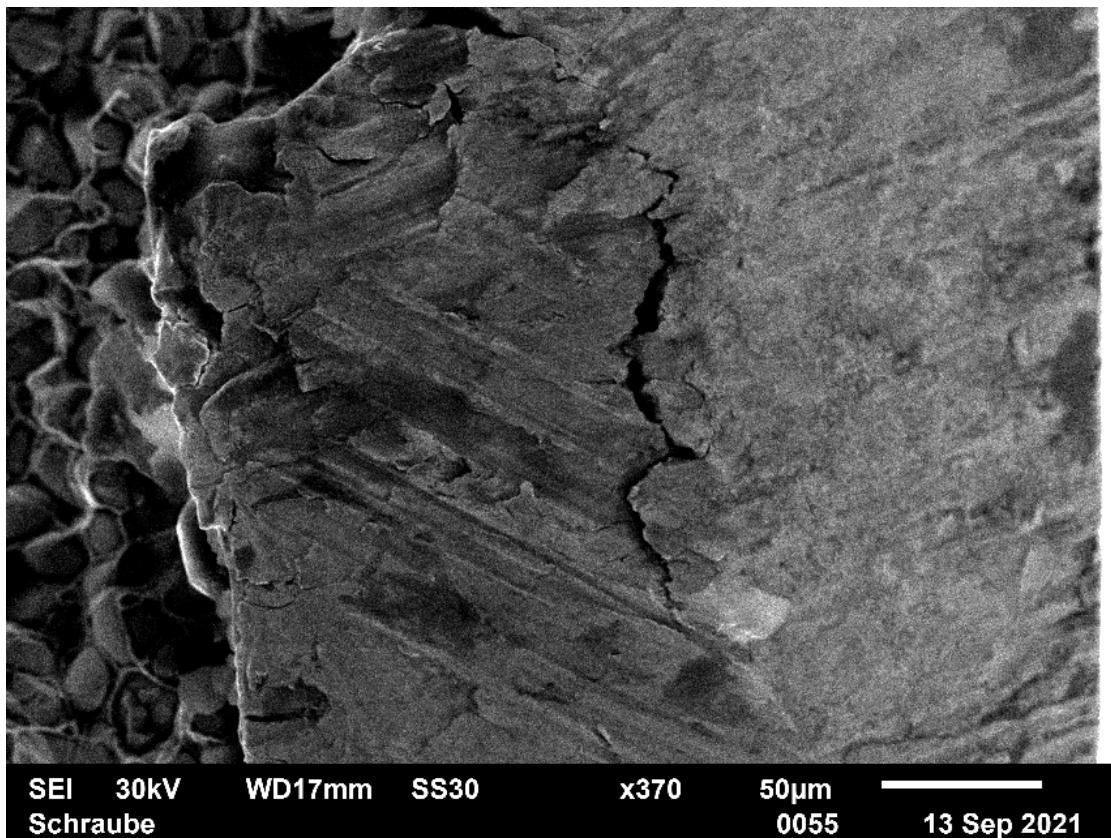


Abbildung 4.17: Nahaufnahme einer hellen Region

4 Auswertung und Diskussion

Über die Zusammensetzung soll wiederum eine EDX Analyse Aufschluss geben.

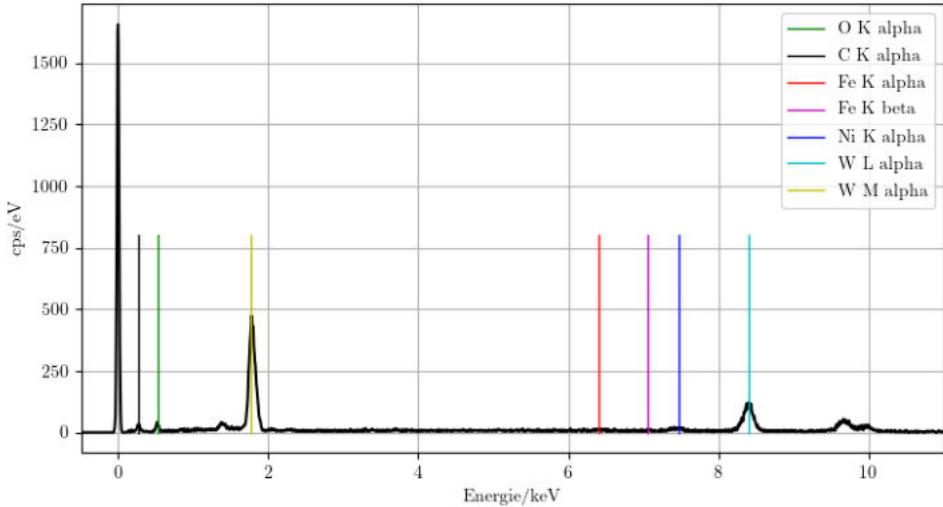


Abbildung 4.18: Röntgenspektrum der hellen Bereiche

| Element | OZ | Serie | unn. C [Gew. %] | norm. C [Gew. %] | Atom. C [At. %] | Fehler (1 Sigma) [Gew. %] |
|---------|----|-------|--------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| C | 6 | K | 18,02 | 16,52 | 52,93 | 5,99 |
| O | 8 | K | 14,29 | 13,10 | 31,51 | 4,47 |
| Fe | 26 | K | 0,57 | 0,53 | 0,36 | 0,08 |
| Ni | 28 | K | 1,38 | 1,27 | 0,83 | 0,12 |
| W | 74 | L | 74,81 | 68,59 | 14,36 | 2,09 |

Tabelle 4.4: Ergebnisse der EDX-Analyse der hellen Bereiche

Hier fällt die große Menge an Wolfram und Kohlenstoff auf.

4.4 Gebrochene Schraube

Nicht zu vergessen ist das Grundmaterial der Schraube, auch hierbei wird wieder eine EDX Analyse benutzt.

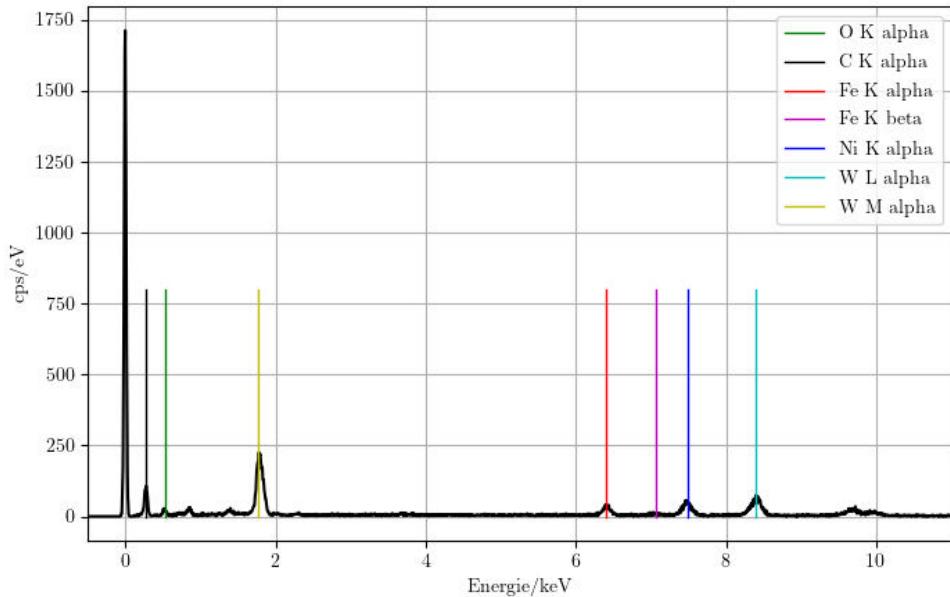


Abbildung 4.19: Röntgenspektrum der normalen Bereiche

| Element | OZ | Serie | unn. C [Gew. %] | norm. C [Gew. %] | Atom. C [At. %] | Fehler (1 Sigma) [Gew. %] |
|---------|----|-------|--------------------|---------------------|--------------------|------------------------------|
| C | 6 | K | 42,64 | 43,61 | 78,17 | 9,71 |
| O | 8 | K | 9,86 | 10,08 | 13,57 | 3,42 |
| Fe | 26 | K | 3,94 | 4,03 | 1,55 | 0,20 |
| Ni | 28 | K | 6,88 | 7,04 | 2,58 | 0,28 |
| W | 74 | L | 34,45 | 35,24 | 4,13 | 1,08 |

Tabelle 4.5: Ergebnisse der EDX-Analyse der normalen Bereiche

Unter Berücksichtigung der soeben erlangten Erkenntnisse erscheint es als wahrscheinlich, dass der Dunkle Fleck eine Verunreinigung ist, welche bei der Herstellung in die Schmelze gelang. Diese Vermutung wurde am deutlichsten durch die EDX Analyse bestätigt, da dieser Bereich eine völlig andere Materialzusammensetzung(kaum Metalle; Sondern viel Silizium) besitzt. Die "normalen" und hellen Bereiche setzen sich hingegen aus den gleichen Materialien zusammen.

Durch die Verunreinigung (dunkle Anomalie) würde somit die Querschnittsfläche der

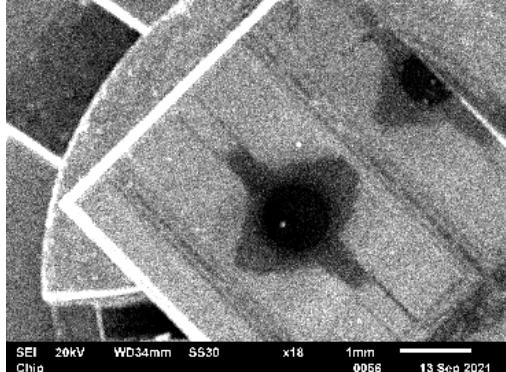
4 Auswertung und Diskussion

Legierung an dieser Stelle verkleinert. Dies führte deshalb zu einer vermindung der stabilität, weshalb die Schraube an dieser Stelle gebrochen ist.

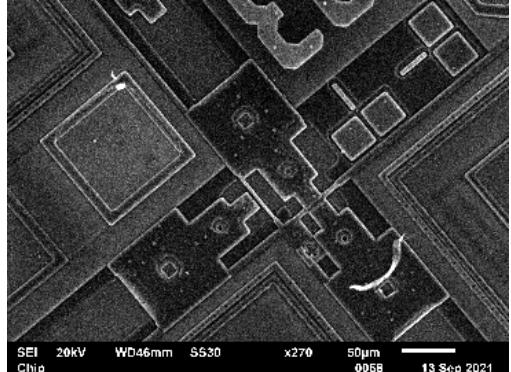
4.5 Chip Wafer

4.5 Chip Wafer

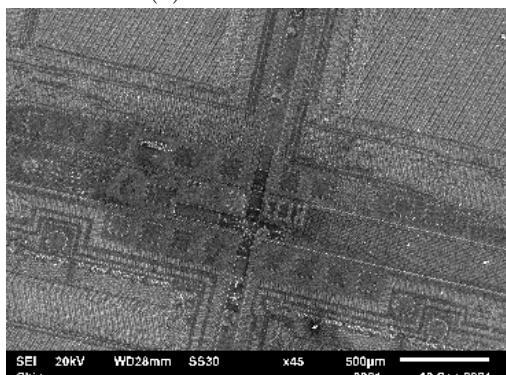
Im letzten Teil haben wir uns einen Teil eines Chip Wafers vorgenommen.



(a) Großaufnahme



(b) Leiterbahnen



(c) Leiterbahnen



(d) Logo

Abbildung 4.20: Bilder des Wafers

Gut zu erkennen sind die Leiterbahnen. Außerdem konnten wir auch ein Logo finden, wir vermuten es soll ein Mammuth darstellen.

5 Fazit

Alles in allem haben wir in diesem Versuch die Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie erlernen und anwenden dürfen. Dazu gehören die verschiedenen Detektoren und Einstellungsmöglichkeiten sowie die qualitative Analyse der aufgenommenen Bilder. Unser gesammeltes Wissen wurde durch das ermitteln der Bruchursache nochmal gut gefestigt und uns wurde der Nutzen einer solchen Analyse in der Industrie klar deutlich. Auch wurde uns der Umgang mit biologischen Proben in diesem Versuch nahe gebracht, was uns in näherer Zukunft bestimmt zu gute kommen wird. Weiterhin finden wir es faszinierenden wie viel Struktur in einer so kleinen Welt noch zu finden ist und sin auch sehr überrascht, wie genau die Produktion eines Micro-Chips sein muss, um die Fertigung solch kleiner Schaltkreise zu ermöglichen.

Abschließen ist zu bemerken, dass der Versuch als Erfolg zu verbuchen ist, da er uns Praxisnah den Umgang mit einer der wichtigsten Untersuchungsmethoden vertraut gemacht hat.

Literaturverzeichnis

- [1] Lichtmikroskop, . URL <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Lichtmikroskop&oldid=209133433>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [2] Rasterelektronenmikroskop, . URL <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Rasterelektronenmikroskop&oldid=212553304>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [3] Transmissionselektronenmikroskop, . URL <https://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Transmissionselektronenmikroskop&oldid=215044341>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [4] Physikalisches Institut der Universität Bayreuth. Fortgeschrittenes Praktikum der Physik Rasterelektronenmikroskop und Röntgenmikroanalyse.
- [5] Michler Goerg Hannes. Transmissions-elektronenmikroskopie (tem). URL <https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php?title=Transmissionselektronenmikroskopie&oldid=8283>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [6] Ludwig Reimer and Gerhard Pfefferkorn. *Raster-Elektronenmikroskopie*. Springer, 2. edition, 1977.
- [7] Manfred Ruppel. Rasterelektronenmikroskopie. URL <https://www.bio.uni-frankfurt.de/43229358/einfuhrung.pdf>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [8] A. Zankel. Rasterelektronenmikroskopie. URL <https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php?title=Rasterelektronenmikroskopie&oldid=8275>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.