

WS2021/22

PPBphys2

Rasterelektronen- mikroskop

Manuel Lippert - Paul Schwanitz

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)

Gruppe 11



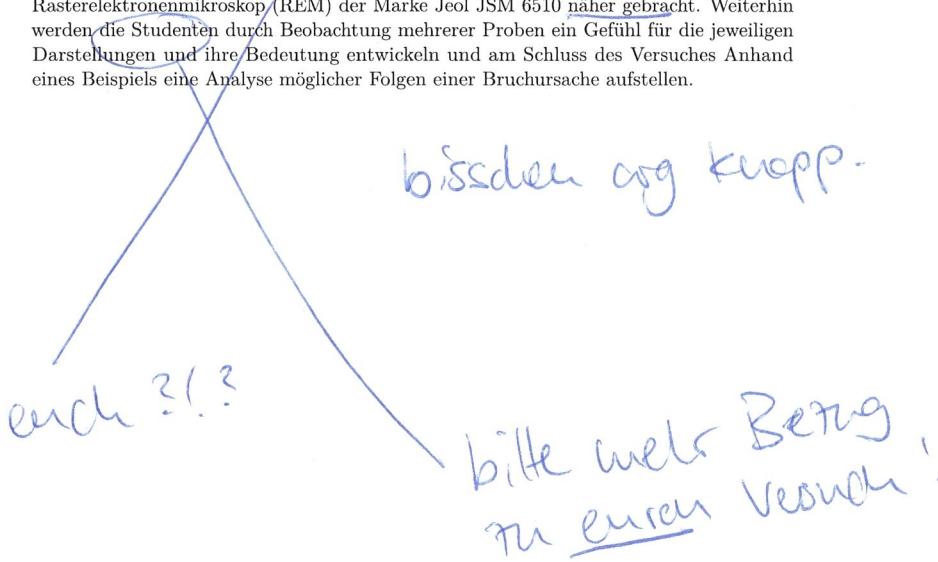
Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	5
2 Theoretischer Hintergrund	6
2.1 Arten und Vergleich der Mikroskope	6
2.2 Aufbau eines Raster-Elektronenmikroskops	7
2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie	9
2.4 Detektoren	11
2.5 Linsenfehler	15
2.6 Kontraste	17
3 Messprotokoll	18
4 Auswertung und Diskussion	20
4.1 Kupfermünze	20
4.2 Fliege	28
4.3 Zinnstandart	30
4.4 Gebrochene Schraube	32
4.5 Chip Wafer	39
5 Fazit	40
Literaturverzeichnis	41

1 Einleitung

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

In diesem Versuch wird den Studenten die Funktionsweise und die Verwendung eines Rasterelektronenmikroskop (REM) der Marke Jeol JSM 6510 näher gebracht. Weiterhin werden die Studenten durch Beobachtung mehrerer Proben ein Gefühl für die jeweiligen Darstellungen und ihre Bedeutung entwickeln und am Schluss des Versuches Anhand eines Beispiels eine Analyse möglicher Folgen einer Bruchursache aufstellen.



2 Theoretischer Hintergrund

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 (SE, inelastische Stöße) und Rückstofolektronen (RE, elastische Stöße) mit entsprechenden Detektoren abgebildet. Weiterhin lässt ein REM eine Röntgenanalyse zu, wodurch auch eine Elementanalyse der Probe möglich ist. [5]

- 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] *in die Probe* → *Autofokus* → *(ggf. Besiedelt)*
- Eindringtiefe: $\sim 1 \mu\text{m}$
- Probe: Vakuumstabil und trocken mit leitender Oberflächenschicht

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

Transmission-Elektronenmikroskop (TEM)

Bei einem TEM wird 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.

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

sichtbarerem

einheitl.
Erweitern bei
myseze mit Lösung

2.2 Aufbau eines Raster-Elektronenmikroskops

Lichtmikroskop (LM)

Beim LM werden stark vergrößerte Bilder von kleinen Strukturen oder Objekten mit Hilfe von 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.
- Probe: Für gut erkennbare Strukturen im Bild muss die Probe ausreichend Kontrast enthalten. [1]

(REM, TEM) vs LM

- + Licht mit viel größerer Wellenlänge (380 nm) als Elektronen (Welle-Teilchen-Dualismus) (5 nm)
⇒ Erheblich bessere Auflösung
- (REM, TEM) benötigt Vakuum im Gang des Elektronenstrahls und elektromagnetische Linsen, während eine LM „nur“ Glaslinsen benötigt ⇒ Höherer technischer Aufwand [6]

REM vs TEM

- + Probenpräparation einfacher, da keine ultradünnen Schnitte der Probe erzeugt werden müssen
- + 3D-Abbildung der Oberfläche des Objekts ⇒ leicht verständliche Bilder
- geringere Vergrößerung und Auflösung
- Keine Aussage über innere Struktur der Probe [6]

2.2 Aufbau eines Raster-Elektronenmikroskops

In einer Mikroskopsäule wird der Durchmesser des Elektronenstrahls durch die Kondensorlinsen und der Aperturblende (50 mm) elektronenoptisch verkleinert. Der Elektronenstrahl selbst entsteht durch eine thermische Wolframkathode erzeugte Elektronenwolke, welche durch die Anode nach unten beschleunigt und durch die Kondensorlinsen (Elektronenlinsen) fokussiert wird. Die Stigmatorien verhindern dabei, dass ein *axialer Astigmatismus* in der Abbildung auftritt. Ablenkspulen sorgen dann für zeilenförmigen Abrasterung der Probe durch den Elektronenstrahl. [5] Aufbau ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Die verschiedenen Elektronen werden dann von einem Everheart-Thornley-Detektor und Halbleiterdetektor registriert und die entstehende Röntgenstrahlung von einem EDX-Detektor. Dabei dienen die registrierten Elektronen als Signal zur Helligkeitsmodulation des Bildes. [5]

inhaltliche Sprüche! → ausführlicher!
Vorschlag: Bild von oben nach unten
beschreiben:
El.-quelle → System → Probe → Det.

2 Theoretischer Hintergrund

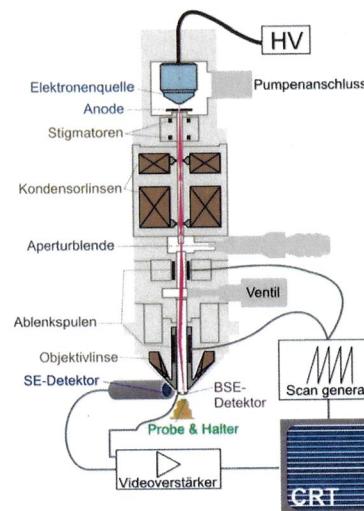


Abbildung 2.1: Aufbau Raster-Elektronenmikroskop

Schärfentiefe

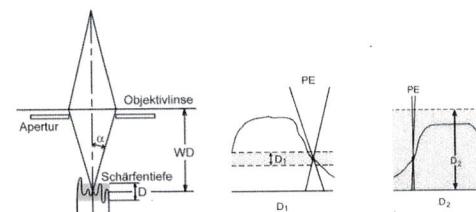


Abbildung 2.2: Schärfentiefe

Die Schärfentiefe eines REM hängt von der Größe der Apertur und dem Arbeitsabstand ab. Dabei gilt kleine Blende und großer Arbeitsabstand besitzt eine hohe Schärfentiefe. Die Schärfentiefe, ein Maß, welches angibt in welchen Bereich oberhalb und unterhalb die Probe noch schär aufgelöst werden kann.

klein!
+ Verb?

| 65.

2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie

2.3 Wechselwirkung der Elektronen mit Materie

Durch Wechselwirkung des Primärelektronenstrahls (PE) mit der Materie entstehen unterschiedliche Signale, welche in Abbildung 2.3 dargestellt sind.

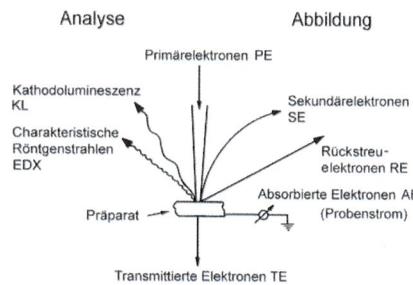


Abbildung 2.3: Signale eines REMs

Das Volumen, in dem die Elektronen des Primärelektronenstrahls wechselwirken, heißt Streuirne oder Elektronendiffusionswolke, wobei die Reichweite vom gewählten Probenmaterial und der Anregungsspannung abhängt.

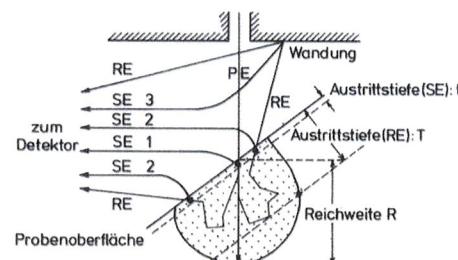


Abbildung 2.4: Elektronendiffusionswolke

Durch Eindringen des PE entstehen durch unelastische Streuung langsame **Sekundärelektronen (SE)** mit Energie $< 50 \text{ eV}$ mit wahrscheinlichster Energie $\langle E \rangle = 1 - 5 \text{ eV}$, welche aus der $t = 1-10 \text{ nm}$ stammen und zur Hochauflösung des REM führen. [5] Somit tragen SE maßgeblich zu den dem sogenannten *Topografiekontrast* bei. [7]

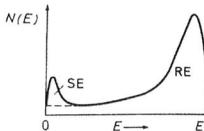
Elektronen, welche elastisch an Atomkerne gestreut werden und diesen unter großen Winkel verlassen, werden als **Rückstoßelektronen (RE)**. REs haben dabei eine Energie

streu!
two soll die!

2 Theoretischer Hintergrund

$> 50 \text{ eV}$, worunter auch schnellere SE fallen, aber diese sind von REs nicht unterscheidbar sind. Dabei stammen die ausgelösten REs aus einer Materialtiefe $T = 0,1-1 \mu\text{m}$ und sind somit verantwortlich für den *Materialkontrast*. Auch hängt die Ausbeute der REs von der Kernladungszahl des Materials ab. [5] [7] Die REs können auch beim Austrreten weitere SEs erzeugen, was man gut Anhand des *Kanteneffekt* erkennen kann. [5]

Abbildung 2.5: Schematische Energieverteilung der Anzahl von SEs und REs bei normierter Energie



H Quelle Abb.

SEs werden dann in Gruppen unterteilt:

- **SE1:** Aus PE im Material erzeugte SEs
- **SE2:** Aus RE im Material erzeugte SEs
- **SE3:** Aus RE außerhalb des Materials erzeugte SEs

Bis zu einer Reichweite von $R = 500 \text{ nm}$ entsteht eine Wechselwirkung des PE-Strahls mit der Probe, wobei Elektronen aus der Atomhülle geschlagen werden. Dabei fallen Elektronen aus höheren Zuständen nach und es entsteht dabei Röntgenstrahlung, wobei diese Strahlung charakteristisch für das jeweilige Element ist. Die emittierende Strahlung kann dann noch ein Elektron aus einer höheren Schale herausschlagen, 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.

H Bremsp.

Tipp: Kontraste separat diskutieren, wonn wir schon bereuen??

Titel + Reichweite? das kleine oder nicht?
entl. Mischschichten?

eben + vertigt?

2.4 Detektoren

Everheart-Thornley-Detektor

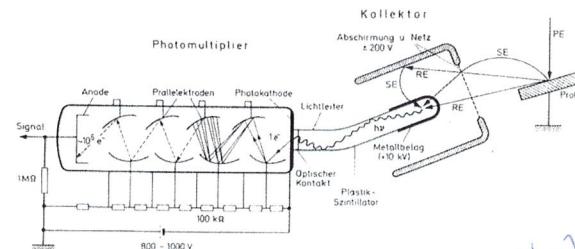


Abbildung 2.6: Everheart-Thornley-Detektor

Der Everheart-Thornley-Detektor ist eine Kombination aus Szintillator und Photomultiplier (siehe Abb. 2.6), welcher zur Detektierung von SEs und REs dient. Die ausgelösten SEs werden dabei von einem Netz des Kollektors mit positiver Spannung angesaugt (mit negativer Spannung können SEs zurückgehalten werden \Rightarrow nur REs im Signal). Schnelle REs, welche einen wesentlich höheren Energie wie SEs haben, passieren das Netz in beiden Fällen. Zwischen Netz und einer 50 nm dünnen leitenden Metallschicht auf der Oberfläche des Plastik-Szintillators liegt eine Spannung von 10 kV, welche die Elektronen zum Szintillator beschleunigen. Dabei entstehen im Szintillator eine große Elektron-Loch-Paar, welches 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 Lichtquanten durch Totalreflexion in Richtung des Photomultiplier abgelenkt. Auf der Photokathode wird dann durch das Quant ein Elektron ausgelöst, wobei diese durch eine Prallektrode 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. [5]

auch Photonen geben

welche!

kurze Einheit?
~~evtl. Det.~~
 evtl. zwidetext: 2.
 Det. ∞ Det x-ray 2.

2.4 Detektoren

2 Theoretischer Hintergrund

Halbleiterdetektor

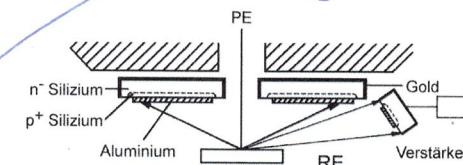


Abbildung 2.7: Halbleiterdetektor

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 wird verhindert, dass Lichtquanten mitdetektiert werden. Auch werden langsame SEs von der Al-Schicht absorbiert. Die REs 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 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 füllt zum Gegensatz von (2.4) einen großen Raumwinkel aus. [5]

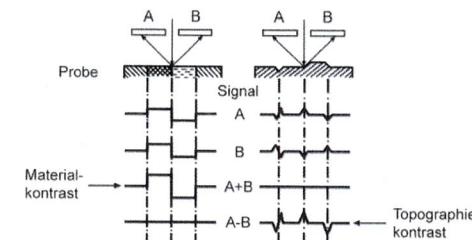


Abbildung 2.8: Combo- und Topo-Mode

Der Halbleiterdetektor kann in verschiedenen Modi betrieben werden (siehe Abb. 2.8). Den Combo- (Materialkontrast) und den Topo-Mode (Topographiekontrast). Weiterhin kann das verwendete Elektronenmikroskop im Praktikum den sogenannten Shadow-Mode, welcher es ermöglicht Combo- und Topo-Mode gleichzeitig zu betrachten. Möglich gemacht wird dies mit Hilfe eines dritten Detektors, welcher leicht schräg angewinkelt ist (siehe Abb. 2.7).

Combo $\hat{=}$ Composition
 (eng.: zusammensetzung)

↓ jetzt: X-ray-Detektor:

2.4 Detektoren

Si(Li)-Detektor und SDD-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. [5]

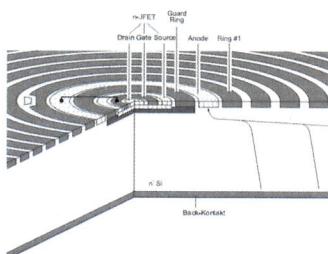


Abbildung 2.9: SDD-Detektor

Ein Silizium Drift Detektor (SDD) besteht nur aus einem Silizium-Wafer, der mit ringförmigen Elektroden auf der oberen 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 Sammelektrode. 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. 2.10).

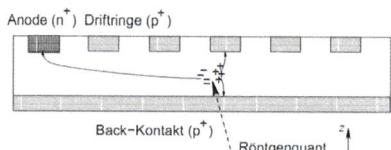


Abbildung 2.10: Driftfeld SDD-Detektor

nicht
hier dabei!

2 Theoretischer Hintergrund

Der SDD nimmt dabei das klassische Röntgenspektrum (Bremsspektrum, etc.) auf, wobei dabei die K_{α} für die praktische Analyse am wichtigsten ist, da diese am wahrscheinlichsten entsteht. Die Aufnahme der Spektrallinien kann dabei über wellenlängendiffusiv oder energiedispersiv aufgenommen werden. Dabei wird bei einem wellenlängendiffusiven Spektrometer (WDS) 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 rauhen Oberflächen ohne Intensitätsabnahme verwendet werden kann, wobei die Messung nur qualitativ ist. Auch ist zu beachten, dass bei einem EDS Überlappungen auftreten können. [5]



Abbildung 2.11: Detektoren bei Jeol JSM 6510

noch
zur Bild-
Text-Brille

2.5 Linsenfehler

Bei einem Elektronenmikroskop können auch aufgrund des Welle-Teilchen-Dualismus des Elektrons die bekannten Fehler aus der Optik auftreten. Dabei entstehen 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. 2.12a).

2) Farbfehler (Chromatische Fehler):

Brennweitendifferenz bei verschiedenen Wellenlängen, wobei dabei ein Zerstreuungskreis entsteht. Durch Stabilisierung der Beschleunigungsspannung und Linsenströme muss dieser Fehler nicht berücksichtigt werden (siehe Abb. 2.12b).

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. 2.12c). 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. 2.12d).

5) Zusätzliche Fehler:

Koma-, Verzeichnung- oder nichtaxiale Farbfehler werden durch kleine Aperturen und Zentrierung des Gerätes korrigiert. [5]

2.5 Linsenfehler

*Linsen-
die entstehen
nicht!
Die sind da!*

2 Theoretischer Hintergrund

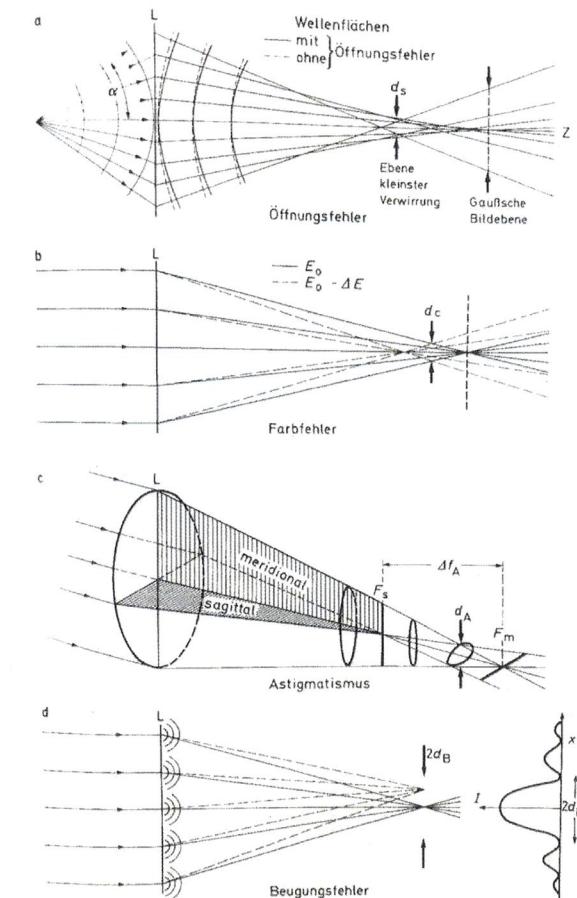


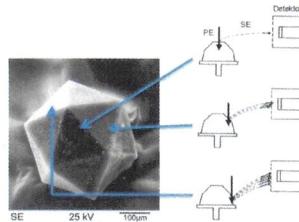
Abbildung 2.12: Linsenfehler

Ursprüngl. Abb.

2.6 Kontraste

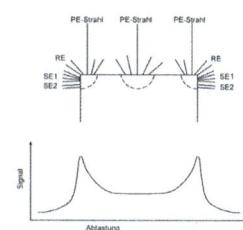
Flächenneigungskontrast

Der Flächenneigungskontrast 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 2.4) 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 weggeniegt.



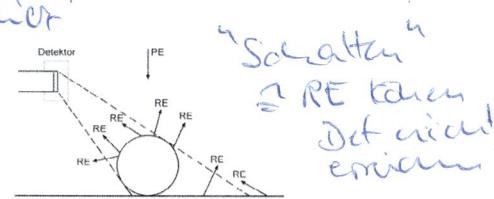
Kanteneffekt

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. Dabei bewirkt der Kanteneffekt, dass die genaue Form der Kante sehr schlecht zu erkennen ist. Korrigiert werden kann dies indem die Primärenergie des Elektronenstrahls herabgesetzt wird.



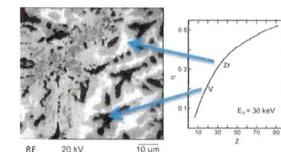
Abschattungskontrast

Im Schatten ausgelöste SE können den Kollektor nicht teilweise nicht erreichen, wobei RE auf gradlinigen Bahnen einen sehr scharfen Schatten erzeugen. Schwache Untergrundintensität im Schatten entstehen durch doppelte Rückstreuung der Elektronen an den Probenkammerwänden.



Materialkontrast

Der Materialkontrast entsteht durch eine erhöhte Ausbeute der RE, wodurch Material unterschiedlich hell im Bild erscheinen. Dabei ist die Streuung der RE abhängig von der Kernladungszahl Z . Bei höheren Z ist auch der Materialkontrast höher. Wichtig ist dabei, dass die Fläche eben oder der Combo-Modus (Kapitel 2.4) aktiviert ist. [5]



* allele Ränder

sowie

Abb. Nr. . . .

Contra mit

17

3 Messprotokoll

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

- SEI: Sekundär und Rückstreu elektronen (Everhart-Thronley-Detektor)
- REF: Rückstreu elektronen (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
- 3) Abhängigkeit der Darstellung Strahldurchmesser:
Wir verändern den Strahldurchmesser von SS10 bis SS75.
Datei: *a_Pfennig_0019.tif* bis *a_Pfennig_0021.tif*

18

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 Kupfermünze (Pfennig)

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

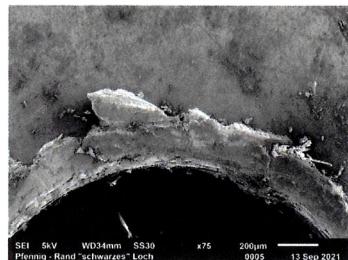
↑
Übersichtsbild des
Pfennigs würde
sich hier
ansiedeln!

NEIN!
Der Pfennig
wurde angebohrt,
nicht durch-
gebolt!

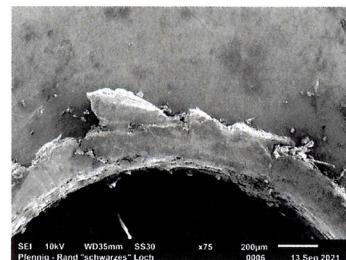
4.1 Kupfermünze

Aufnahmen bei verschiedenen Parametern

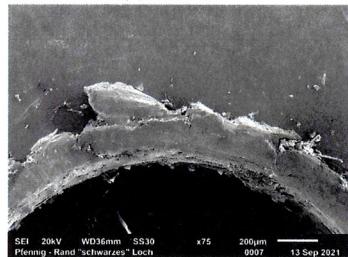
Als erstes wurde der Everhart-Thronley-Detektor im SE (und RE Modus) (SEI) verwendet und dabei die Beschleunigungsspannung variiert.



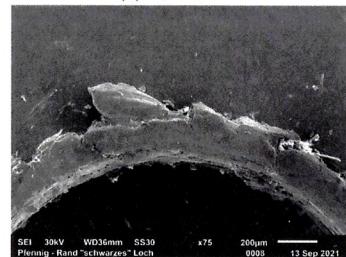
(a) $U_B = 5 \text{ kV}$



(b) $U_B = 10 \text{ kV}$



(c) $U_B = 20 \text{ kV}$



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

Abbildung 4.1: 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.

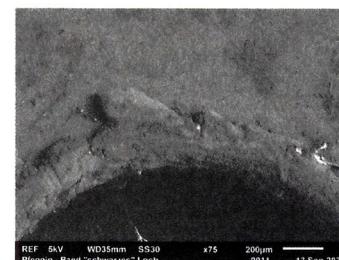
Was ist für
hohe KV?
→ auch beschrieben!
Wo ist ProbenOF besser
erkennbar?

| kürzere
Sätze

21

4 Auswertung und Diskussion

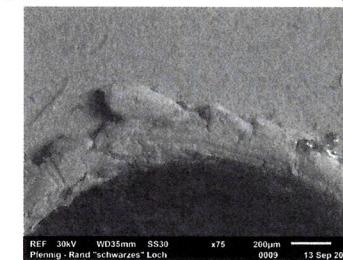
Als Nächstes wurde der Everhart-Thronley-Detektor im RE Modus (REF) verwendet und dabei ebenfalls die Beschleunigungsspannung variiert.



(a) $U_B = 5 \text{ kV}$



(b) $U_B = 10 \text{ kV}$



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

Abbildung 4.2: REF bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Genau wie oben sind bei niedriger Energie der Primärelektronen dunkle Flecken zu erkennen.

Weiterhin sind Abschattungskontraste der Bereiche, welche im Schatten des Everhart-Thronley-Detektors liegen, gut zu erkennen.

Handwritten notes:

- Wo ist oben?
woran erkennt man es? SE-Betrieb (SEI)?
- Ausführlich!
- Argumentation:
Schatten im Bild → ETD
nicht anders nun!

22

4.1 Kupfermünze

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

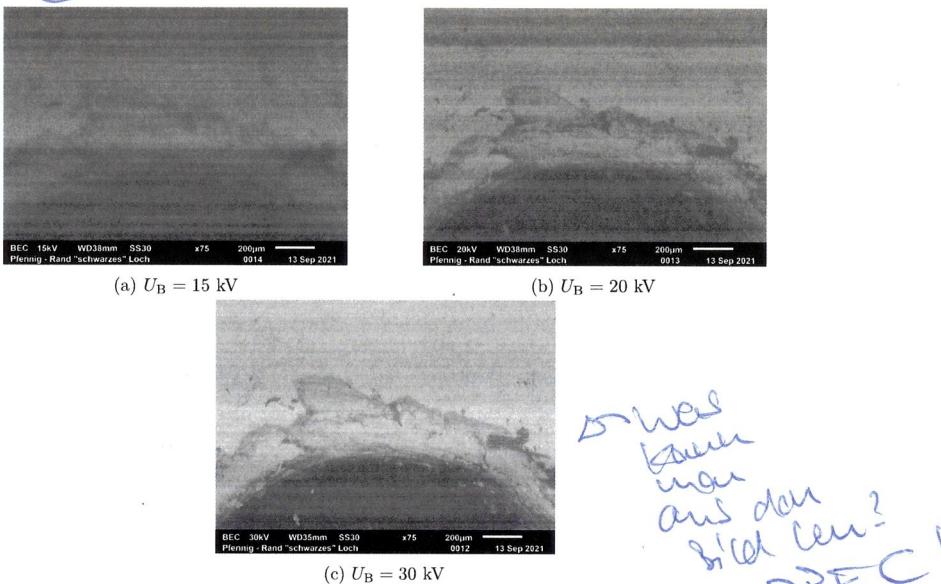


Abbildung 4.3: BEC bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Hier fällt sofort auf, dass die Bildqualität rapide mit der Beschleunigungsspannung abfällt. Also muss ein PE Strahl mit niedriger Energie weniger Rückstreuerelektronen erzeugen, welche den Halbleiterdetektor erreichen. Dies entspricht auch unseren Erwartungen.

4 Auswertung und Diskussion

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

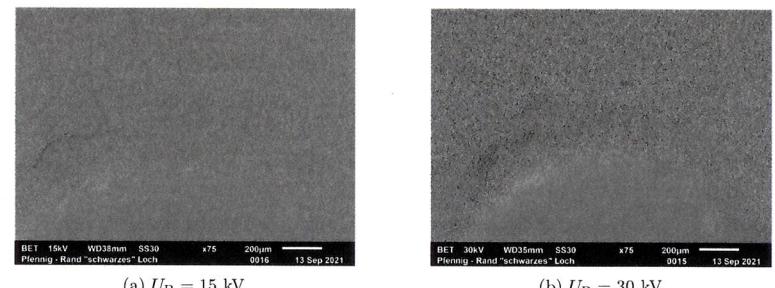


Abbildung 4.4: BET bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen

Für die Bilder im BET Modus lassen sich wenig Aussagen machen, da die Bildqualität im Allgemeinen sehr schlecht ist. Es lassen sich nur Kannen erkennen, was im Topo-Modus keine Überraschung ist. Außerdem liegt die Vermutung nahe, dass die Einstellung des Fokus für $U_B = 30 \text{ kV}$ nicht optimal gewählt wurde. Unserer Vermutung nach müssten die Kannen für größeren Energie beim PE Strahl besser zu erkennen sein.

Erläuterung!

Das hätte nicht Schlussfolgerung
sonder Bestätigung der
Erwartung (Theorie)!

→ von was?

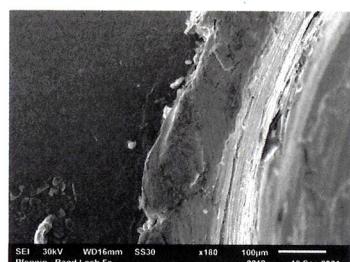
verwischen!

4.1 Kupfermünze

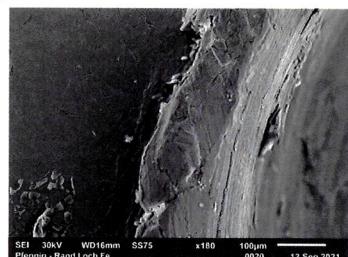
Außerdem wurde eine Stelle mit verschiedenen Strahldurchmessern abgetastet.



(a) SS 10



(b) SS 30



(c) SS 75

Abbildung 4.5: SEI bei unterschiedlichen Strahldurchmessern

Hier fällt auf, dass die Bilder mit abnehmenden SS körniger werden und somit auch weniger Details zu erkennen sind.

↳ bessere Auflösung

Kein Vorsatz oder Interaktion!

4 Auswertung und Diskussion

EDX Analyse

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

Zuerst wurde das Spektrum der Münze aufgenommen:

Kupfer Münze? Was?
↓
↓ Mediathek

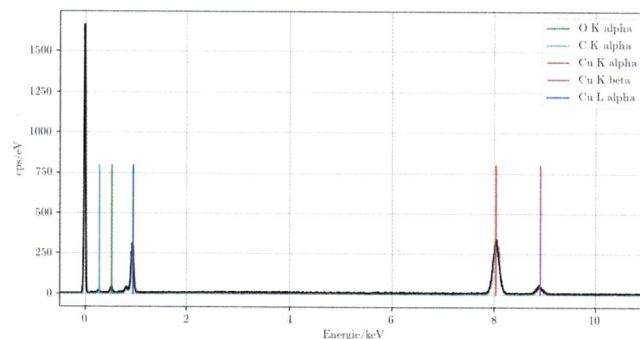


Abbildung 4.6: Röntgenspektrum der Kupfermünze Vorsicht?

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 Kupfermünze

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 zurück zu führen.

Anschließend wurde das Spektrum des Materials in einem der Löcher aufgenommen:

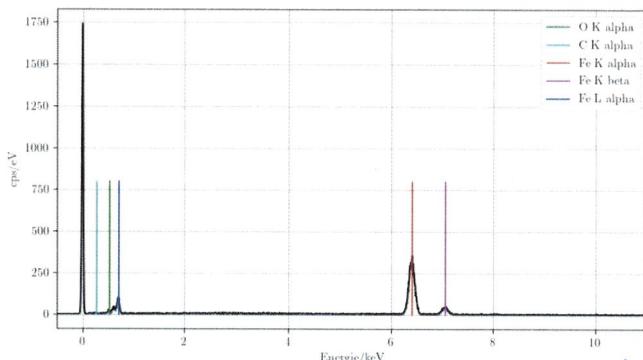


Abbildung 4.7: Röntgenspektrum des Fremdmaterials

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 Fremdmaterials

Die Ergebnisse der Zweiten EDX Analyse sind hingegen wesentlich interessanter, wohingegen Kohlenstoff und Sauerstoff wieder auf organische Kontamination hindeuten haben wir so herausgefunden, dass das Loch mit Eisen gefüllt wurde.

Tragen:
Analyse \leftrightarrow Interpretation.
keine zähliche Beurteilung!

4 Auswertung und Diskussion

4.2 Fliege

Als nächste Probe wurde eine Fliege eingelegt. 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 hohe Tiefenschärfe zu erreichen wurde ein großer Arbeitsabstand eingestellt.

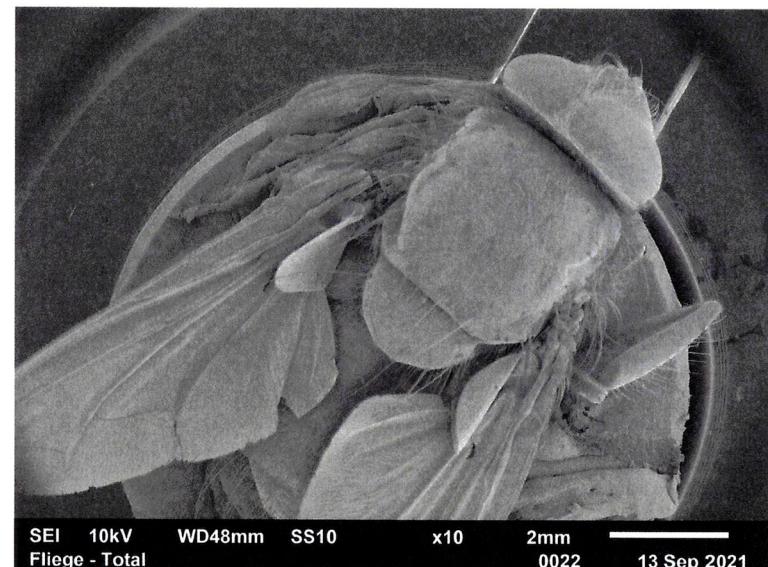
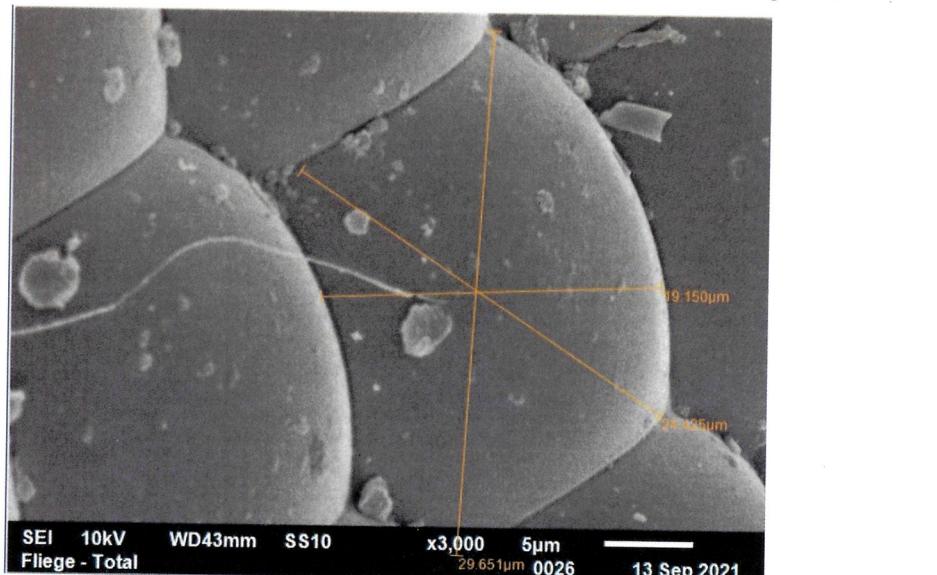


Abbildung 4.8: Gesamtaufnahme der Fliege

4.2 Fliege

Als Nächstes wurde ein Segment des Facettenauges vermessen.



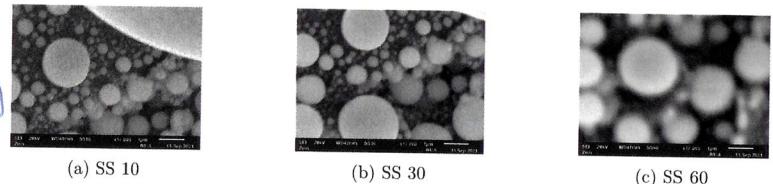
→ *2501 beschr.*

4 Auswertung und Diskussion

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.



(a) SS 10

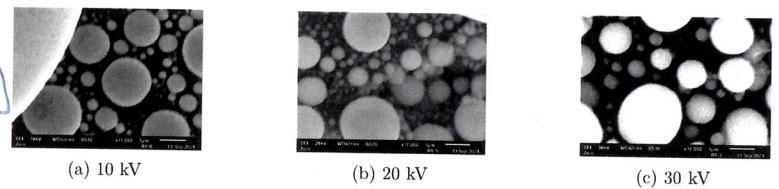
(b) SS 30

(c) SS 60

Abbildung 4.10: Zinstandart bei verschiedenen Strahldurchmessern

Es fällt auf, dass mit größerem SS die Schärfe und die Auflösung der Aufnahmen Schlechter wurden.

Außerdem wird auch die Beschleunigungsspannung variiert.



(a) 10 kV

(b) 20 kV

(c) 30 kV

Abbildung 4.11: Zinstandart bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen

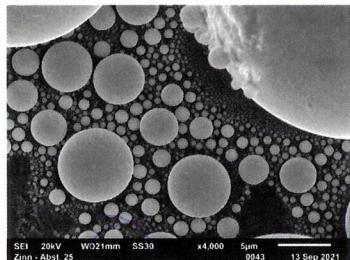
Es fällt auf, dass bei 20 kV sehr viele Kugeln im hintergrund zu erkennen sind, wohingegen dies bei 30 kV fast gar nicht mehr der Fall ist. Es scheint nicht so als würde die Beschleunigungsspannung nur einen konkreten Unterschied bewirken, da keine klare Tendenz zu erkennen ist.

*Um einen Einfluss zu erkennen
würde es hilfreich gewesen
den gleichen Blauschnitt
versucht zu haben*

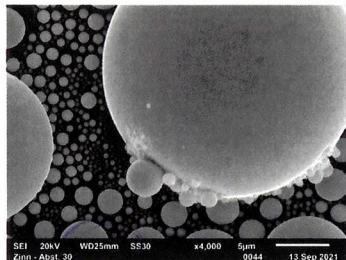
Förm. Elektr.
d. Abt. Abst
untersch!?

4.3 Zinnstandart

Zum Schluss wurde dann der Arbeitsabstand variiert.



(a) Arbeitsabstand 25 mm



(b) Arbeitsabstand 30 mm

Abbildung 4.12: Zinnstandart bei unterschiedlichen Arbeitsabstand

Im Bezug auf den Arbeitsabstand fällt auf, dass mit dessen Verringerung mehrere kleinere Kugeln in den hinteren Ebenen zu erkennen sind.

WD 21 vs. WD 25

y
+

kleiner
Scheine

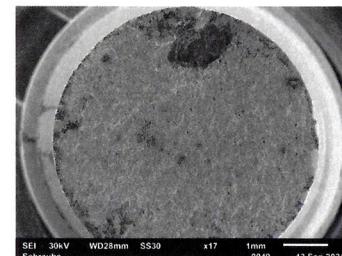
nicht
eignt
→ SEI: erster
Bruchort:

4 Auswertung und Diskussion

4.4 Gebrochene Schraube

In folgenden Versuchsteil soll die Bruchursache einer Schraube ermittelt werden.

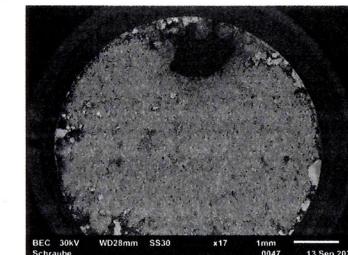
Im ersten Schritt wurden hierzu Bilder der Bruchfläche mit verschiedenen Detektoren aufgenommen.



(a) SEI



(b) REF



(c) BEC

Stelle im
Bildet?!

Abbildung 4.13: Bruchfläche der Schraube mit unterschiedlichen Detektoren

Für einen guten ersten Eindruck eignet sich der SEI Modus, um die Struktur der Fläche zu untersuchen, eignet sich der REF Modus. In allen Aufnahmen und besonders im letzten Bild, im BEC Modus, sind drei unterschiedliche Zonen 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 scheinen und der übrige Teil der Schraube, dessen Helligkeit zwischen den beiden anderen Zonen liegt.

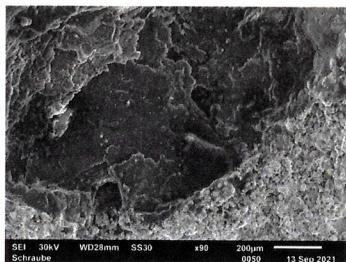
Von links

Konzentrier
oder
dein?!!

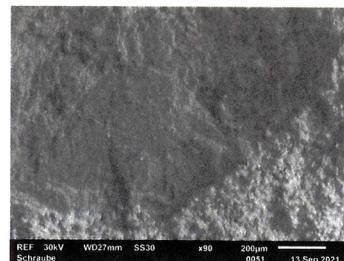
b7gl. was?

Offener Schraube

Als Nächstes wurde eine Nahaufnahme des dunklen Flecks angefertigt.



(a) SEI



(b) REF

Abbildung 4.14: Nahaufnahme der Kante des dunklen Flecks

Aus diesen Aufnahmen geht hervor, dass der dunkle Fleck mit einer Vertiefung einhergeht.

Was
haut
nun?
(je bei)
Schlussfolgern!

4.4 Gebrochene Schraube

4 Auswertung und Diskussion

d. Schraub!

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

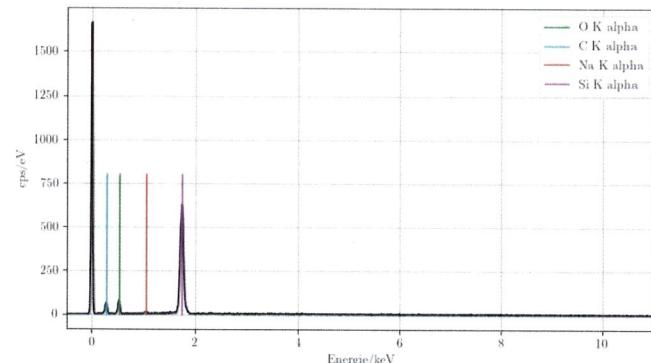


Abbildung 4.15: Röntgenspektrum des dunklen Flecks

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

→ Text !!

4.4 Gebrochene Schraube

Des Weiteren zeigt eine Nahaufnahme heller gegenden, dass sich diese durch eine gewisse Erhabenheit auszeichnen. Außerdem erscheint die Oberfläche in diesem Bereich ebener.

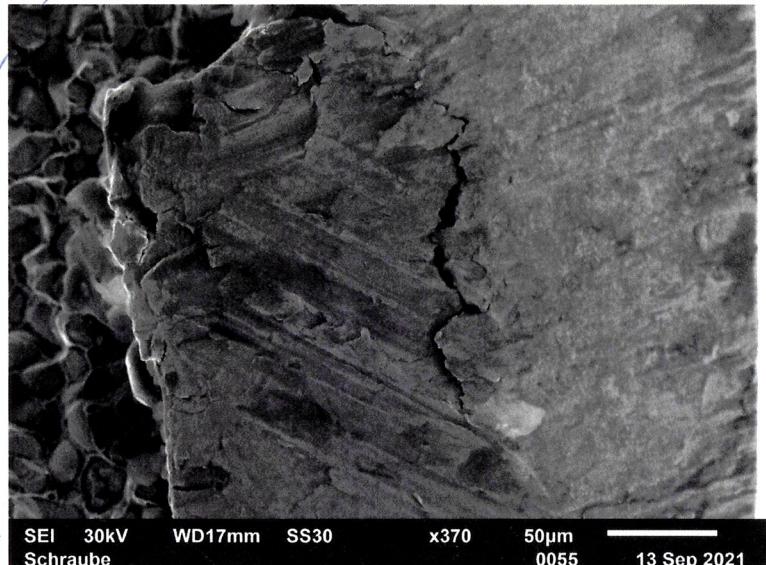


Abbildung 4.16: Nahaufnahme einer hellen Region

4 Auswertung und Diskussion

Über die Zusammensetzung soll wiederum eine EDX Analyse Aufschluss geben.

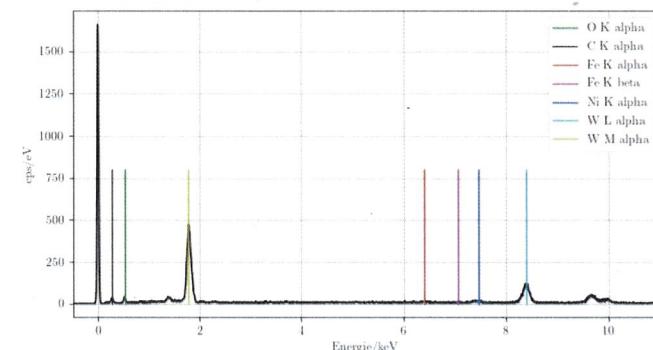


Abbildung 4.17: Röntgenspektrum der hellen Bereiche

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

→ Text

4.4 Gebrochene Schraube

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

*bürof
zette*

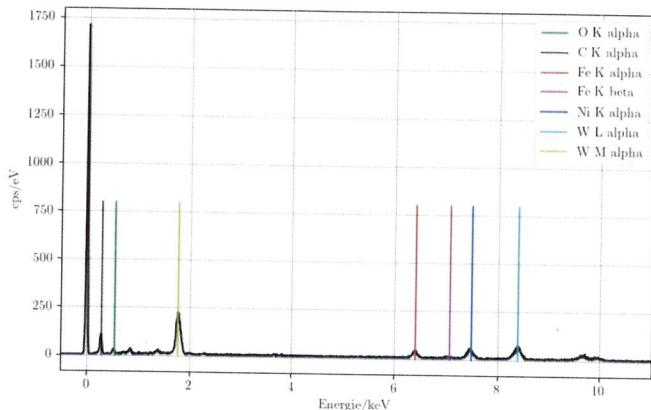


Abbildung 4.18: Röntgenspektrum der normalen Bereiche

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 Schmetalle gelangt. Diese Vermutung wurde am deutlichsten durch die EDX Analyse bestätigt, da dieser Bereich eine völlig andere Materialzusammensetzung besitzt. Die "normalen und hellen Bereiche setzen sich hingegen aus den gleichen Materialien zusammen.

*möglich
während?*

Durch die Verunreinigung (dunkle Anomalie) würde somit die Querschnittsfläche der Legierung an dieser Stelle verkleinert. Dies führte deshalb zu einer Verminderung der

*was für eine
Legierung? warum?*

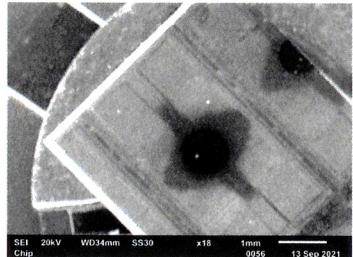
4 Auswertung und Diskussion

Stabilität, weshalb die Schraube an dieser Stelle gebrochen ist.

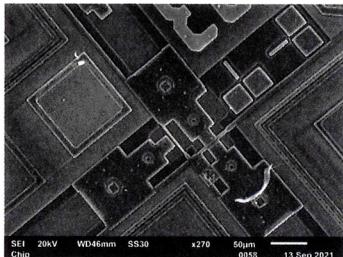
4.5 Chip Wafer

4.5 Chip Wafer

Im letzten Teil haben wir uns einen Teil eines Chip Wafers vorgenommen. Gut zu erkennen sind die Leiterbahnen. Außerdem konnten wir auch ein Logo finden.



(a) Großaufnahme



(b) Leiterbahnen



(c) Leiterbahnen



(d) Logo

Abbildung 4.19: Bilder des Wafers

5 Fazit

Alles in allem haben wir in diesem Versuch die Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie erlernen dürfen. Dazu gehören die verschiedenen Detektoren und Einstellungsmöglichkeiten. Des Weiteren konnten wir unser Erlerntes anwenden, um die Bruchursache einer Schraube zu bestimmen.

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.

Slr kepp!

- P TCX+

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] Michler Goerg Hannes. Transmissionselektronenmikroskopie (tem). URL <https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php?title=Transmissionselektronenmikroskopie&oldid=8283>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [5] Ludwig Reimer and Gerhard Pfefferkorn. *Raster-Elektronenmikroskopie*. Springer, 2. edition, 1977.
- [6] Manfred Ruppel. Rasterelektronenmikroskopie. URL <https://www.bio.uni-frankfurt.de/43229358/einfuhrung.pdf>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.
- [7] A. Zankel. Rasterelektronenmikroskopie. URL <https://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php?title=Rasterelektronenmikroskopie&oldid=8275>. Zugriffsdatum: 16.09.2021.