

# 507 – Rasterelektronenmikroskopie

## Versuchsprotokoll zum F-Praktikum an der Ruhr-Universität Bochum

---

Paul Katolla <p\_katolla@yahoo.de>

26.11.2009

Tobias Krähling <Tobias.Kraehling@SemiByte.de>

Version 1.1

### Inhaltsverzeichnis

---

<b>1 Einführung</b>	
<b>2 Grundlagen</b>	
2.1 Aufbau eines REM . . . . .	
2.2 Linsenfehler . . . . .	
2.3 Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahl und Probe . . . . .	
2.4 Vor- und Nachteile eines Rasterelektronenmikroskops . . . . .	
<b>3 Versuchsdurchführung und -auswertung</b>	
3.1 Untersuchung der Abhängigkeit der Strahlparameter voneinander . . . . .	
3.2 Astigmatismuskorrektur . . . . .	
3.3 Einfluss der Beschleunigungsspannung auf die Bildqualität . . . . .	
3.4 Kontrastarten bei Abbildung von Oberflächen . . . . .	
3.4.1 Potentialkontrast . . . . .	
3.4.2 Rauigkeitskontrast . . . . .	
3.4.3 Abschattungskontrast . . . . .	
3.4.4 Flächenneigungskontrast . . . . .	
3.4.5 Materialkontrast . . . . .	
3.5 Untersuchung einer CD- und DVD-Probe	
3.6 Elementanalyse (EDX) . . . . .	
<b>4 Fazit</b>	
<b>A Anhang</b>	
A.1 Messwerte . . . . .	
A.2 Fit-Modelle . . . . .	
<b>Literatur</b>	

### 1 Einführung

---

**1** Ein Mikroskop, bei dem für die Erzeugung  
**2** der vergrößerten Abbildung des zu untersu-  
**3** chenden Objekts ein Elektronenstrahl verwen-  
**4** det wird – wobei der Elektronenstrahl das  
**5** Objekt abrastert – wird als Rasterelektronen-  
**6** mikroskop (REM) bezeichnet (engl.: Scanning  
**7** Electron Microscope, SEM). Durch die Verwen-  
**8** dung von Elektronen hoher Energie anstelle  
**9** von sichtbarem Licht sind wesentlich höhere  
**10** Vergrößerungen bis üblicherweise in den  
**11** Nanometerbereich möglich. Das erste Elek-  
**12** tronmikroskop wurde als Transmissions-  
**13** Elektronenmikroskop 1931 von ERNST RUSKA  
**14** und MAX KNOLL entwickelt, nachdem 1925 von  
**15** HANS BUSCH die Möglichkeit entdeckt wurde,  
**16** Magnetfelder als Elektronenlinsen zu verwen-  
**17** den (Wikipedia, 2009).  
  
Im heutigen analytischen Umfeld stellt die Ra-  
sterelektronenmikroskopie eine Standardme-  
thode für die Oberflächenstrukturanalyse von  
massiven Proben sowie für die quantitative, lo-  
kale Analytik der Elementzusammensetzung  
dar. Diese Standardmethode soll im Rahmen  
des Praktikumversuchs kennen gelernt wer-  
den – sowohl die Oberflächenstrukturanaly-  
se als auch die Elementanalyse – und durch  
die Untersuchung von verschiedenen Proben  
unterschiedliche Wechselwirkungen zwischen

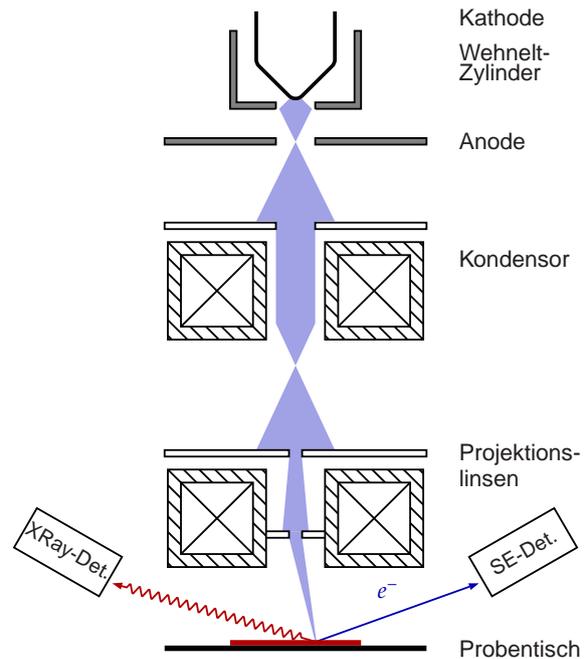
Elektronenstrahl und Probe sowie Bildeffekte – insbesondere die verschiedenen Kontrastmechanismen – diskutiert werden.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Aufbau eines REM

Der Aufbau eines REM entspricht zu einem großen Teil demjenigen einer Braun'schen Röhre (siehe Abbildung 1). An einer Kathode (Filament) werden mittels Glühemission Elektronen freigesetzt und zur Anode hin beschleunigt. Durch einen zusätzlichen Wehneltzylinder um die Kathode, dessen elektrisches Potential gegenüber der Kathode negativer ist, entsteht um die Kathode eine negative Raumladungswolke, wodurch ein stabiler Emissionsstrom sichergestellt wird. Die emittierten Elektronen bilden einen Elektronenstrahl, der durch Kondensorenspulen verkleinert und mittels elektromagnetische Objektivlinsen auf die Probenoberfläche fokussiert wird. Zusätzliche Rasterlinsen lenken den Elektronenstrahl derart periodisch in zwei Dimensionen ab, dass dieser einen Bereich der Probenoberfläche abrastert – dies kann über das Anlegen von zwei Sägezahnspannungen für die beiden Ablenkungsrichtungen erreicht werden. Elektronenstrahl-Erzeugungssystem, Probe als auch die Detektoren für Sekundärelektronen und Röntgenstrahlung (siehe Abschnitt 2.3) sind dabei in einem Vakuumgefäß untergebracht. Das hier verwendete Gerät verwendet ein zweistufiges Pumpsystem, wobei die Vorvakuumpumpe das Vakuumgefäß zunächst auf einen Druck von  $\sim 10$  Pa evakuiert, anschließend eine Hochvakuumpumpe den Druck auf  $\sim 10^{-4}$  Pa erniedrigt.

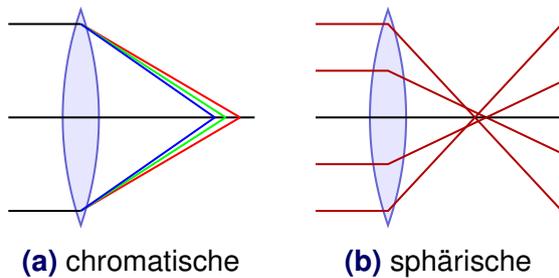
Für die Oberflächenstrukturanalyse werden die Rückstreu- und Sekundärelektronen über einen Everhart-Thornley-Detektor detektiert.



**Abbildung 1:** Schematischer Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops

Diese Detektoreinheit besteht aus einem Szintillator und einem Photomultiplier. Elektronen, die auf den Szintillator auftreffen, erzeugen aufgrund von Kathodolumineszenz Photonen, die über einen Lichtwellenleiter zum Photomultiplier gelenkt werden und dort über Photoeffekt Elektronen erzeugen, diese über Elektronenvervielfachung verstärkt werden und anschließend als Spannungsimpuls messtechnisch erfasst werden können. Um den Everhart-Thornley-Detektor ist noch ein Gitter angebracht – durch Einstellung des elektrischen Potentials dieses Gitter kann eingestellt werden, ob nur die energiereichen Rückstreu- oder Rückstreu- und Sekundärelektronen den Szintillator erreichen sollen (siehe auch Abschnitt 2.3).

Zur Charakterisierung der Elementzusammensetzung wird die charakteristische Röntgenstrahlung herangezogen (Energy Dispersive X-Ray Analysis, EDX), die über eine Halbleiterdiode detektiert wird. Dieser energiedisper-



**Abbildung 2:** Chromatische und sphärische Aberration

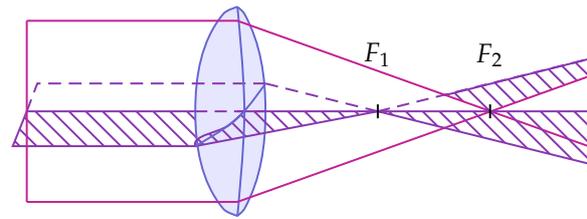
sive Halbleiterdetektor ist eine Siliziumdiode, in dessen Sperrschicht Lithium eindiffundiert wurde und in Sperrrichtung betrieben wird. Um eine Diffusion der Lithiumatome zu verhindern ist eine Kühlung des Detektors mit flüssigem Stickstoff notwendig – zusätzlich vermindert diese Kühlung das elektronische Rauschen.

## 2.2 Linsenfehler

Unabhängig, ob Linsen für sichtbares Licht oder elektromagnetische Linsen für Elektronen verwendet werden, treten verschiedene Linsenfehler durch Dispersion, achsennahe und achsenferne Strahlen sowie Effekte durch eine gestörte Symmetrie auf. Die wichtigsten Linsenfehler werden nachfolgend aufgeführt, wobei die Betrachtung zunächst an sichtbarem Licht durchgeführt wird:

### Chromatische Aberration (Farbfehler):

Hierunter versteht man die Abbildungsfehler, die durch die Dispersion hervorgerufen werden. Da kürzerwelliges Licht stärker gebrochen wird als längerwelliges, liegt der Brennpunkt für blaues Licht näher an der Linse als für rotes (siehe Abbildung 2a) – beeinträchtigt wird hierdurch die *Bildschärfe*. Vermindert werden kann dieser Effekt durch entsprechende Linsensysteme,



**Abbildung 3:** Astigmatismus

wobei unterschiedliche Materialien mit unterschiedlichem Dispersionsverhalten verwendet werden – sogenannte Achromate oder Apochromate. Bei der REM kann die chromatische Aberration vernachlässigt werden, da die Elektronen sehr monoenergetisch sind (d. h.  $\Delta E/E$  ist klein).

**Sphärische Aberration:** Treffen achsenparallele Lichtstrahlen auf das Linsensystem, so haben die achsenfernen Strahlen eine kürzere Brennweite als achsennahe und führen zu einer Unschärfe. Die Differenz der Brennweiten zwischen Zentral- und Randstrahlen wird als *sphärische Aberration* (Kugelfehler) bezeichnet (siehe Abbildung 2b). Vermindert wird dies durch *Abblenden* der Randstrahlen – jedoch auf Kosten der Intensität – oder durch geeignete Linsensysteme. Systeme, die sowohl den chromatischen als auch die sphärische Aberration minimieren, werden *Aplanate* genannt. Für die REM spielt die sphärische Aberration ebenfalls eine untergeordnete Rolle und kann vernachlässigt, da der Elektronenstrahl nur eine geringe Divergenz aufweist.

**Astigmatismus:** Besitzt ein Linsensystem für horizontale und vertikale Strahlenbündel unterschiedliche Krümmungen, so liegen die Brennpunkte an unterschiedlichen Orten (siehe Abbildung 3). Am Brennpunkt der Strahlen der Sagittalebene (horizontale Ebene) erhält man eine vertikale Bildli-

nie, am Brennpunkt der Strahlen der Meridionalebene (vertikale Ebene) eine horizontale Bildlinie. Dieser Effekt tritt auch bei Linsensystemen mit gleicher Krümmung auf, wenn sie von einem *schief* zur Achse einfallenden Lichtbündel getroffen wird (*Astigmatismus schiefer Bündel*). Asymmetrien in der Elektronenoptik (Polstuhe, Aperturblende, Verformungen von Blenden durch Aufladungen) können zu einem astigmatischen Bild beim REM führen – dies kann durch einen Stigmator (elektrostatisches Quadrupolfeld) korrigiert werden.

Alle Linsenfehler beeinflussen das Auflösungsvermögen des Mikroskops. Mit neuen elektronenoptischen Komponenten (Kombination von Multipolelementen zu einem Aplanat) lässt sich das Auflösungsvermögen steigern – bei der Transmissions-Elektronenmikroskopie ist hierdurch atomare Ortsauflösung erreicht worden (Rose, 2009).

### 2.3 Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahl und Probe

Trifft der Elektronenstrahl (Primärelektronen) auf die Probe, so findet eine elastische und inelastische Streuung der Primärelektronen mit dem Probenmaterial statt. Dabei wird der Probenbereich, indem die Wechselwirkung stattfindet, als Streubirne bezeichnet. Die Eindringtiefe der Primärelektronen hängt dabei von deren Energie und dem Probenmaterial ab – sie liegt üblicherweise im Bereich  $(0,1 - 10) \mu\text{m}$  (Remhof, 2005).

Durch inelastische Wechselwirkung der Primärelektronen mit dem Atomgitter der Probe können diese ionisiert werden – diese Elektronen, die aus dem Atomgitter 'herausgeschlagen' werden, haben nur eine geringe Energie (häufig zwischen  $(2 - 5) \text{eV}$ ) und werden als

*Sekundärelektronen* bezeichnet<sup>1</sup>. Aufgrund ihrer geringen Energie und somit einer geringen Reichweite kommen diese aus den höchsten Schichten der Probenoberfläche. Für die Sekundärelektronen lassen sich noch die folgenden Eigenschaften festhalten:

- ▶ Mit steigender Ordnungszahl  $Z$  des Probenmaterials steigt die relative Anzahl der Sekundärelektronen  $\delta$  (Ausbeute) leicht an.
- ▶ Sekundärelektronen sind nach dem Lambert'schen Gesetz

$$\frac{d\delta}{d\Omega} = \frac{\delta}{\pi} \cos(\xi) \quad (2.1)$$

mit dem Winkel zur Oberflächennormalen  $\xi$  richtungsverteilt (zur Cosinus-Distribution siehe auch Feres und Yablonsky (2004); Greenwood (2002)).

- ▶ Bei steigendem Einfallswinkel  $\alpha$  des Primärelektronenstrahls zur Oberflächennormalen steigt die Wechselwirkungstrecke und somit  $\delta$ , näherungsweise gilt:  $\delta = \delta_0 / \cos(\alpha)$ .
- ▶ Die Ausbeute steigt zunächst mit zunehmender Energie der Primärelektronen, fällt dann jedoch aufgrund der größeren Eindringtiefe der Primärelektronen wieder ab.

Primärelektronen, die durch Vielfachstreuung unterschiedlich viel Energie verloren haben, werden ab Energien  $E > 50 \text{eV}$  als Rückstreuerelektronen bezeichnet. Hierfür lassen sich folgende Eigenschaften anmerken:

- ▶ Das Energiespektrum erstreckt sich bei diesen Rückstreuerelektronen bis zur maximalen Energie  $E = eU_B$  mit der Beschleunigungsspannung  $U_B$ .

<sup>1</sup> Alle Elektronen, die eine Energie  $< 50 \text{eV}$  besitzen, werden als Sekundärelektronen bezeichnet

- ▶ Bei senkrechten Einfall ist die Rückstreuung cosinusverteilt, bei anderen Einfallswinkeln in der zur Einfallrichtung entgegengesetzten Richtung ausgeprägt (Spiegelung).
- ▶ Die Ausbeute steigt, ebenso wie bei Sekundärelektronen, bei zunehmenden Einfallswinkel.
- ▶ Nach einem Anstieg der Ausbeute bleibt die Ausbeute ab Primärelektronenenergien  $E_{PE} > 10 \text{ keV}$  bei Variation von  $E_{PE}$  annähernd konstant.
- ▶ Die Abhängigkeit der Ausbeute von der Ordnungszahl ist bei Rückstreuelektronen wesentlich stärker ausgeprägt – Rückstreuelektronen eignen sich daher besonders gut zur Abbildung des Materialkontrasts.

Findet die Anregung und Ionisation der Probenatome in einer inneren Atomschale statt, so kann beim Übergang des ionisierten Atoms in den Grundzustand charakteristische Röntgenstrahlung entstehen. Dieses elementspezifische Strahlungsspektrum kann für die Analyse des Probenmaterials verwendet werden (EDX-Analytik). Ein konkurrierender Prozess zur Röntgenstrahlung ist die Emission von sogenannten Auger-Elektronen, wobei die emittierte Röntgenstrahlung durch ein anderes Hüllenelektronen reabsorbiert wird und dieses das Atom verlässt. Kerne mit kleiner Kernladungszahl ( $Z < 20$ ) emittieren dabei vorwiegend Auger-Elektronen, bei höherer Kernladungszahl dominiert die Röntgenstrahlung.

Weitere Wechselwirkungen sind die Plasmon-Loss-Elektronen (Energieverlust der Primärelektronen durch Dichteschwingungsanregung des Elektronenplasmas), Kathodolumineszenz (Anregung und Relaxation mit Emission von Photonen im sichtbaren Bereich) sowie Phononenanregung bzw. Wärme.

Häufig werden für die Bildgebung nur die Rückstreu- und Sekundärelektronen verwendet sowie Röntgenstrahlung und Auger-Elektronen bei der Materialanalyse (EDX bzw. Auger-Spektroskopie).

## 2.4 Vor- und Nachteile eines Rasterelektronenmikroskops

Wie oben genannt, ist die Vergrößerung und somit das Auflösungsvermögen bei einem Rasterelektronenmikroskop wesentlich höher als bei einem herkömmlichen Lichtmikroskop. Das Auflösungsvermögen wird bei Lichtmikroskopen durch die Beugung an den Blenden begrenzt – zwei einzelne Punkte sind noch getrennt aufzulösen, wenn das 1. Beugungsmaximum des ersten Punkts mit dem 1. Beugungsminimum des anderen Punkts zusammenfällt (Rayleigh-Kriterium) und man erhält hierdurch als maximales Auflösungsvermögen

$$d = \frac{\lambda}{n \sin \alpha} \quad (2.2)$$

mit der Wellenlänge des verwendeten Lichts, der numerischen Apertur  $n \sin \alpha$ , dem Brechungsindex  $n$  und dem Aperturwinkel  $\alpha$ . Für optische Mikroskope ist die numerische Apertur in der Größenordnung 1 und mit einer Wellenlänge im Bereich um 500 nm – damit erhält man eine maximale Auflösung von  $\sim 1 \mu\text{m}$  (Gross und Marx, 2004, S. 37f).

Werden statt optischer Photonen Elektronen verwendet, so kann man den Elektronen nach dem Welle-Teilchen-Dualismus ebenfalls eine (de Broglie-)Wellenlänge gemäß

$$\lambda_{el} = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2mE}} = \frac{h}{\sqrt{2meU}} \quad (2.3)$$

zuordnen. Bei einer Elektronenenergie von 20 keV hätten die Elektronen demnach eine Wellenlänge von  $\approx 9 \text{ pm}$ . Linsenfehler von magnetischen Linsen sind jedoch schwierig zu

korrigieren, wodurch das Auflösungsvermögen reduziert wird; ebenfalls ist die numerische Apertur von magnetischen Linsen wesentlich kleiner als eins. Dies führt zu einer praktischen Auflösung im Bereich um 1 nm (Gross und Marx, 2004; Rose, 2009). Weiterer Vorteile des REM sind die stufenlose Vergrößerung sowie die höhere Tiefenschärfe. Nachteil des REM ist die Notwendigkeit eines Vakuums – damit schränkt sich der Einsatzbereich dieser Analysetechnik ein und Untersuchungen an lebenden Proben können nicht durchgeführt werden. Zusätzlich müssen Proben, die nicht elektrisch leitend sind, vor der Untersuchung mit einer Metallschicht beschichtet werden, um Aufladungen zu verhindern.

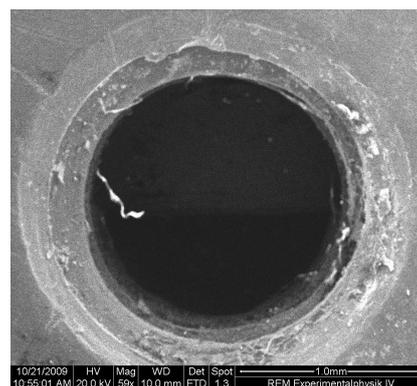
### 3 Versuchsdurchführung und -auswertung

Bei dem verwendeten REM handelt es sich um eine kompakte und abgekapselte Einheit. Anders als in der Versuchsbeschreibung (Remhof, 2005) beschrieben erfolgt die Steuerung, Bildanzeige und Messaufnahme komplett über ein Computersystem. Um den Elektronenstrahl auf die zu untersuchende Probe ausrichten zu können, befinden sich zwei Video-Kameras innerhalb der evakuierten Probenkammer. Auf dem beweglichen Probenstisch finden, neben den beiden fest eingebauten Plättchen mit Schachbrettmuster und Siliziumkristallen sowie dem Faraday-Cup, mehrere Proben Platz. Die zu untersuchenden Proben werden nach vorheriger Abschaltung der Beschleunigungsspannung  $U_B$  und anschließender Belüftung der Probenkammer auf dem Probenstisch deponiert, wobei kleinere Proben mithilfe einer leitenden Paste gegen das Abpumpen durch die Vakuumpunkten gesichert werden müssen – zusätzlich werden die Proben durch diese leitende Paste besser mit dem Probenstisch elektrisch verbunden und somit geerdet. Sind die

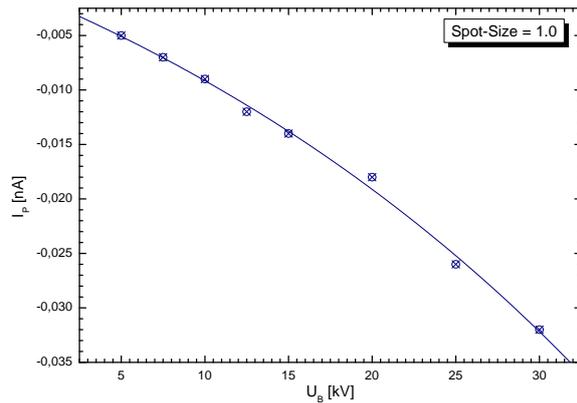
Proben auf dem Probenstisch positioniert, wird die Probenkammer geschlossen – dabei sollte über die Kameras auf den Abstand zwischen Probe und Elektronenerzeugungssystem geachtet und ggf. der Probenstisch heruntergefahren werden – und die Vakuumpumpen über die Computer-Steuerung angeschaltet. Sobald der Arbeitsdruck erreicht ist (Anzeige bei der Computer-Steuerung) kann der Elektronenstrahl angeschaltet und die Messung durchgeführt werden.

#### 3.1 Untersuchung der Abhängigkeit der Strahlparameter voneinander

Die zwei charakteristischen Parameter des Elektronenstrahls sind die Beschleunigungsspannung  $U_B$  und die Strahlgröße (Spot-Size). Bedingt durch das Funktionsprinzip des REM wird elektrische Ladung in den untersuchten Proben deponiert. Diese Ladung kann über den Probenstisch zur Masse abfließen, wobei die Stärke des Stromes mit einem adäquaten Messgerät bei Bedarf erfasst werden kann. Um diesen sogenannten Probenstrom  $I_P$  in Abhängigkeit der Strahlparameter bestimmen zu können wurde der Elektronenstrahl auf ein Schraubenloch auf dem Probenhalter ausgerichtet (siehe Abbildung 4).



**Abbildung 4:** verwendetes Schraubenloch als Faraday-Cup für die Bestimmung des Probenstroms

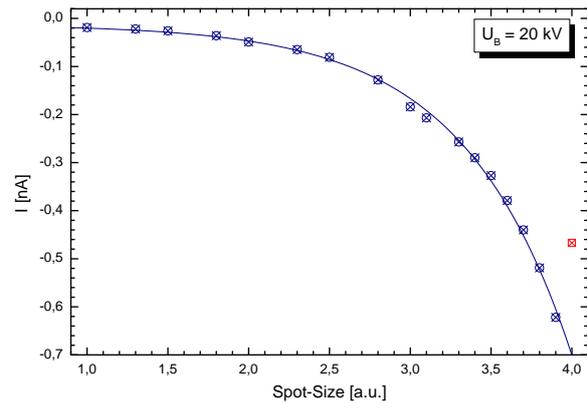


**Abbildung 5:** Probenstrom in Abhängigkeit der Beschleunigungsspannung

Bei dem Loch handelt es sich in diesem Fall um einen Detektor zur Erfassung des Stroms, ein sogenannten Faraday-Cup. Die Vergrößerung am REM wurde derart eingestellt, dass das Schraubenloch den Bildausschnitt ganz ausfüllte. Darüber hinaus ist die Funktion Scan-Spot aktiviert worden, wodurch gewährleistet wird, dass bei der Messung der Elektronenstrahl auf einen fixen Punkt fokussiert wird. Zur Kontrolle des Null-Punktes des Strommessgeräts wurde vor und während der Messung der Elektronenstrahl temporär unterbrochen (Funktion Beam-Blanker), wobei der Probenstrom aufgrund der Strahlunterbrechung auf Null absinken müsste – ist dies nicht der Fall, müssen die aufgenommenen Werte entsprechend um den Reststrom korrigiert werden.

Zu Beginn wurde der Probenstrom als Funktion der Beschleunigungsspannung bestimmt, wobei der Strahldurchmesser (Spot-Size) konstant bei Eins gehalten wurde<sup>2</sup>. Als nächstes wurde der Probenstrom in Abhängigkeit von dem Strahldurchmesser ermittelt – bei einer konstanten Beschleunigungsspannung

<sup>2</sup> Die Strahldurchmesser lassen sich in der Computer-Steuerung nur als einfacher numerische Werte einstellen, wobei nicht bekannt ist, welcher numerische Wert welchen genauen Durchmesser entspricht und ob die Skalierung linear erfolgt).

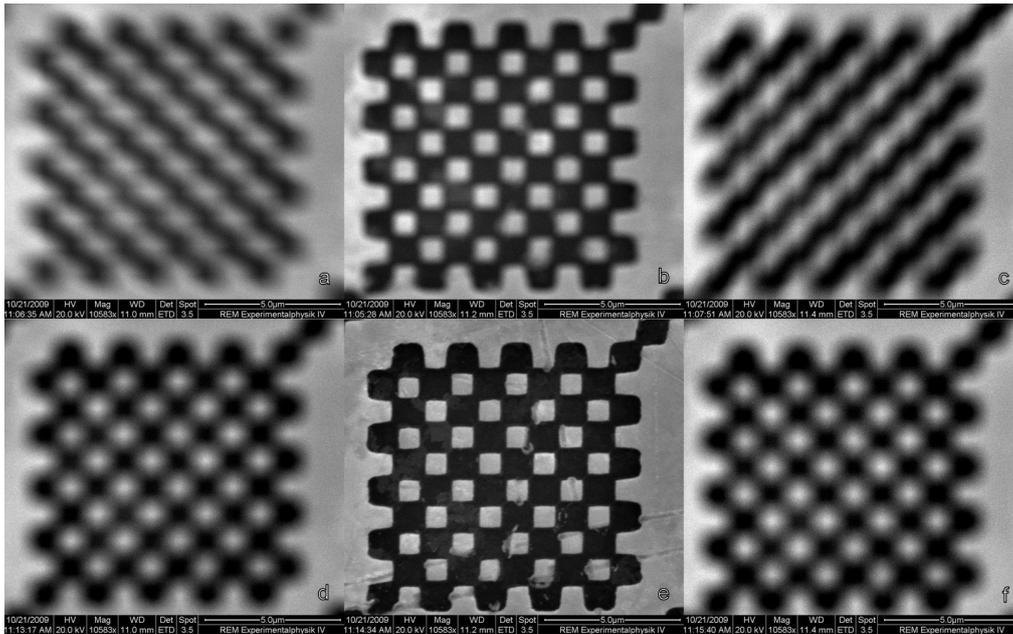


**Abbildung 6:** Probenstrom in Abhängigkeit vom Strahldurchmesser (Spot-Size)

(Anmerkung: Der rot dargestellte Ausreißer wurde beim exponentiellen Fit nicht berücksichtigt.)

von 20 kV. Die Messwerte sind in den Tabellen 1 und 2 im Anhang aufgeführt. Um die Abhängigkeit des Probenstromes von den jeweiligen variablen Parametern Beschleunigungsspannung und Spot-Size darzustellen, wurden diese graphisch gegeneinander aufgetragen (siehe Abbildung 5 und 6). Erkennbar ist die exponentielle Abhängigkeit des Probenstroms von den variablen Parametern – was auch durch exponentielle Fit-Modelle bestätigt werden kann (Tabelle 3 und 4 im Anhang) –, wobei die exponentielle Abhängigkeit vom Strahldurchmesser wesentlich ausgeprägter ist.

Der rot dargestellte Ausreißer in Abbildung 6 wurde beim exponentiellen Fit nicht berücksichtigt. Die sprunghafte Änderung des Probenstroms bei einer Spot-Size von 4 konnte reproduzierbar beobachtet werden – eine mögliche Ursache hierfür wäre ein Strahldurchmesser, der nicht mehr komplett in den Faraday-Cup fokussiert ist. Hierdurch würden nicht mehr alle Elektronen des Strahls über das Strommessgerät nach Masse abfließen, woraus ein geringerer Probenstrom resultiert.



**Abbildung 7:** Veranschaulichung der Astigmatismus-Korrektur.

**a)** Unterfokus ohne Korrektur des Astigmatismus (Abbildung verzerrt). **b)** Fokus ohne Korrektur des Astigmatismus (unscharf) **c)** Überfokus ohne Korrektur des Astigmatismus (verzerrt) **d)** Unterfokus mit Korrektur des Astigmatismus (unscharf) **e)** Fokus mit Korrektur des Astigmatismus (scharf) **f)** Überfokus mit Korrektur des Astigmatismus (unscharf)

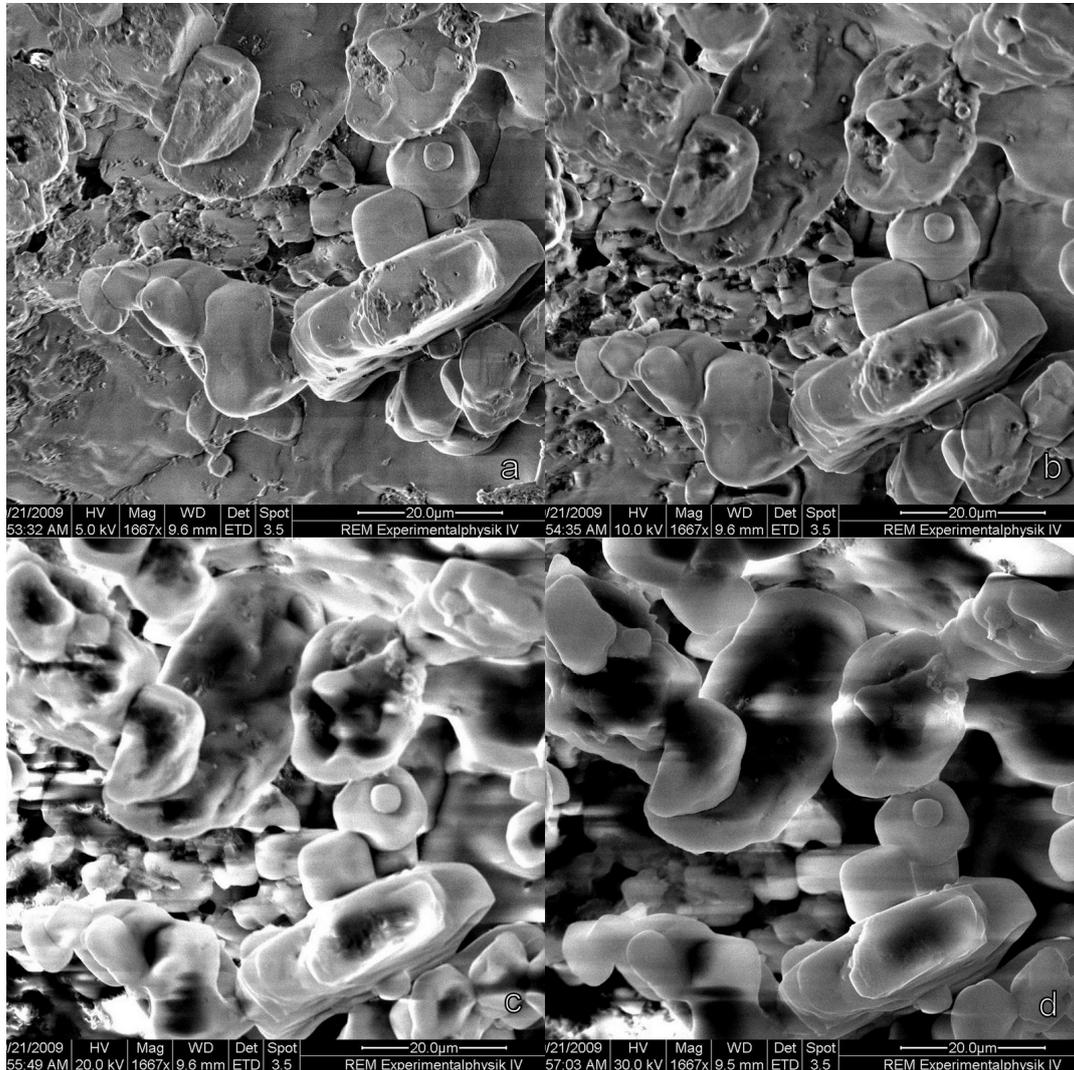
### 3.2 Astigmatismuskorrektur

Der Astigmatismus der Objektivlinse bei Elektronenmikroskopen führt zu Bildern geringerer Qualität (vgl. Abschnitt 2.2). Um die Notwendigkeit dessen Korrektur mit Hilfe eines Stigmators zu verdeutlichen, wurde der Elektronenstrahl auf die Probe mit einem fraktalen Schachbrettmuster ausgerichtet. Dabei ist die Vergrößerung derart eingestellt worden, dass das kleinste Schachbrett mit einer Seitenlänge von  $10\ \mu\text{m}$  den Bildschirm vollständig ausfüllte. Bei der weiteren Durchführung wurde nur der Fokus variiert. Andere Parameter blieben unverändert. Durch die Variation des Fokus lässt sich der Einfluss des Fehlers leichter erkennen, da auf diese Weise die verzerrende Wirkung des Astigmatismus betont wird. Entsprechend Abbildung 7 wird deutlich, dass eine Astigmatismuskorrektur die Qualität der Bilder deutlich verbessert. Bei dem verwendeten

REM wurde die Korrektur unmittelbar am PC-Bildschirm (trial and error) durchgeführt, derart, dass bei Fokusänderung zwar eine Änderung der Bildschärfe zu beobachten ist, jedoch Verzerrungen außerhalb des Fokus nicht mehr auftreten. Darüber hinaus lässt sich in Abbildung 7 der Materialkontrast augenfällig erkennen. In einem REM werden Materialien unterschiedlicher Ordnungszahlen verschieden hell dargestellt, da die Ordnungszahl den Rückstreuoeffizienten der Objektatome verändert. Als Folge davon erscheinen schwere Elemente heller als leichte (vgl. Abschnitt 2.3).

### 3.3 Einfluss der Beschleunigungsspannung auf die Bildqualität

Die Beschleunigungsspannung in einem REM wirkt sich immens auf die Qualität des Bildes aus. Gehen wir bei dieser Betrachtung



**Abbildung 8:** Einfluss der Beschleunigungsspannung auf die Bildqualität, beobachtet an einem Salzkristall bei einer Spot-Size von 3.5 und einer Vergrößerung von 1667

**a)** Oberflächenstrukturen gut sichtbar, bestes Bild **a)** Bild leicht verschwommen, Oberflächenstruktur noch erkennbar **a)** Kantendurchstrahlung, Oberflächenstruktur kaum sichtbar **a)** starke Kantendurchstrahlung, Oberflächenstruktur ist nicht sichtbar

von der de-Broglie-Wellenlänge der Elektronen aus, so hat eine höhere Beschleunigungsspannung eine kleinere Wellenlänge zur Folge (Gleichung (2.3)). Eine kleinere Wellenlänge sollte eigentlich auch einen kleineren Strahldurchmesser (Spot-Size) ermöglichen, da durch die höhere Elektronenenergie die Wechselwirkung der Elektronen untereinander geringer ist und der Strahl nicht so stark aufweitet. Als Folge davon müsste die Auflösung des REM im Prinzip steigen (Gleichung (2.2)). Neben der Auflösungsbegrenzung durch Linsenfehler steigt andererseits mit einer höheren Beschleunigungsspannung auch die Eindringtiefe der Elektronen in der Probe und somit auch deren Wechselwirkungsvolumen (Streubirne) mit dem untersuchten Material. Die Vergrößerung der Streubirne führt dazu, dass die Auflösung sich abhängig von der Dichte der jeweiligen Substanz verringert. Die Wahl der Beschleunigungsspannung hängt von der zu untersuchenden Probe ab. Proben geringer Dichte liefern in der Regel qualitativ gute Bilder bei kleineren Spannungen, wohingegen Proben größerer Dichten auch tendenziell eine höhere Spannung benötigen. Eine hohe Beschleunigungsspannung kann zu Durchstrahlung von Kanten führen, so dass der Kontrast sich verringert. Für die Durchstrahlung von Kanten ist der sogenannte Kanteneffekt verantwortlich. Dabei erscheinen herauspringende Kanten heller, da aus beiden Flanken Sekundär- und Rückstreuielektronen austreten – analog erscheinen einspringende Kanten dunkler. Dagegen kann eine niedrige Beschleunigungsspannung den Elektronenstrahl zu stark ausweiten, wodurch das Signal-Rausch-Verhältnis steigt und die Auflösung sinkt. Die Wirkung der Beschleunigungsspannung auf einen Salzkristall wurde in Abbildung 8 dargestellt.

### 3.4 Kontrastarten bei Abbildung von Oberflächen

Bei der Abbildung von Proben mit dem REM wird ein räumlicher Eindruck dieser vermittelt. Hierzu tragen verschiedene Effekte bei, auf die im Folgenden kurz eingegangen wird, falls diese bis zum jetzigen Zeitpunkt nicht erläutert wurden.

#### 3.4.1 Potentialkontrast

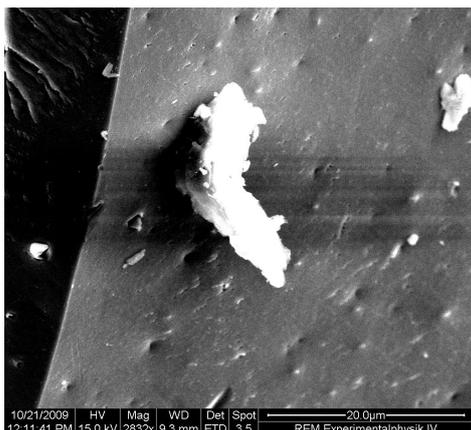
Kann in einem begrenzten Areal der Probe die durch den Elektronenstrahl deponierte Ladung nicht abfließen, so kommt es zur Aufladung dieses Bereichs. Positiv geladene Bereiche erscheinen dunkler, da weniger Sekundärelektronen den Bereich verlassen können. Negativ geladene Bereiche erscheinen dagegen heller. Dieser Effekt ist von besonderem Interesse für die Entwicklung von elektronischen Bauteilen auf Halbleiterbasis, da hier die Bauteile im Betrieb beobachtet werden können. In Abbildung 9 ist der Potentialkontrast an einem Staubkorn, welches sich auf einer Probenoberfläche befindet, dargestellt. Zu erkennen ist, dass sich das Staubkorn negativ auflädt, wesentlich heller erscheint und sich hierdurch deutlich vom Probenuntergrund abhebt.

#### 3.4.2 Rauigkeitskontrast

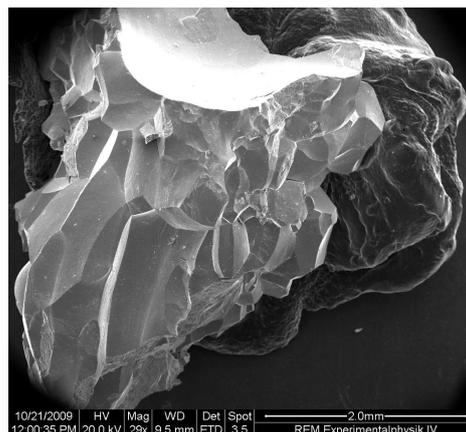
Mikroraue Oberflächen erscheinen im REM aufgrund des Kanteneffekts heller gegenüber einer glatten polierten Fläche gleichen Materials (siehe Abbildung 10). Dieser Effekt tritt auch bei rauen Oberflächen, die aus unterschiedlichen Materialien bestehen, auf.

#### 3.4.3 Abschattungskontrast

Ist der Detektor seitwärts der Probe montiert, so werden die vom Detektor abgewandten



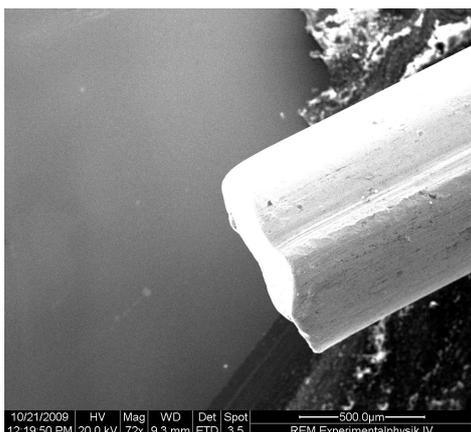
**Abbildung 9:** Potentialkontrast und Abschattungskontrast, beobachtet an einem Staubkorn auf einer Probenoberfläche



**Abbildung 12:** Flächenneigungskontrast, beobachtet an einem rosa-farbigem Mineral, dessen Zusammensetzung nicht bekannt ist.



**Abbildung 10:** Rauigkeits- und Materialkontrast, beobachtet an einem Salzkristall und Leitpaste



**Abbildung 11:** Abschattungskontrast, beobachtet an einer Erdungsklammer

Bereiche dunkler im Vergleich zu dem Detektor zugewandten Bereichen dargestellt (Abbildung 9 und 11). Verantwortlich hierfür ist der Umstand, dass die aus den abgewandten Bereichen emittierten Elektronen zum Teil wieder absorbiert werden, demgegenüber werden die Elektronen aus den dem Detektor zugewandten Bereichen von diesem leichter erfasst. Bei dem verwendeten REM befindet sich der Detektor in der linken oberen Ecke.

### 3.4.4 Flächenneigungskontrast

Trifft ein Elektronenstrahl die Probenoberfläche, so hängt die Wechselwirkungsstrecke u.a. von dem Winkel zwischen ihnen ab. Bei kleinen Winkeln ist die Wechselwirkungsstrecke der Primärelektronen in Oberflächennähe größer, wodurch die Sekundär- und Rückstreuelektronen diesen Bereich einfacher verlassen können. Die Fläche erscheint heller (Abbildung 12).

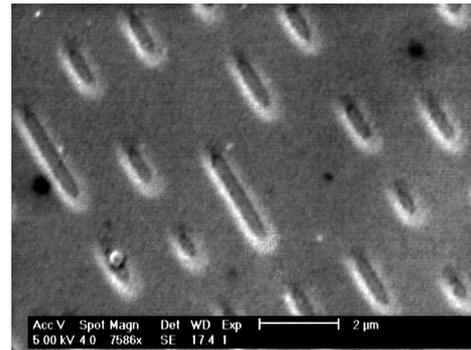
### 3.4.5 Materialkontrast

Wie bereits in Abschnitt 2.3 diskutiert, hängt die Ausbeute von den Rückstreuelektronen –

und im geringeren Maße der Sekundärelektronen – von der Ordnungszahl des betrachteten Materials ab. Daher sollten Bereiche mit höherer Ordnungszahl heller als solche mit niedrigerer erscheinen. In Abbildung 10 und 12 sind jeweils ein Kristall auf der Leitpaste abgebildet – deutlich ist zu erkennen, dass die Leitpaste wesentlich dunkler erscheint als der Kristall (an den Rändern zwischen Kristall und Paste) und somit aus unterschiedlichen Materialien bestehen müssen (siehe auch Abbildung 14).

### 3.5 Untersuchung einer CD- und DVD-Probe

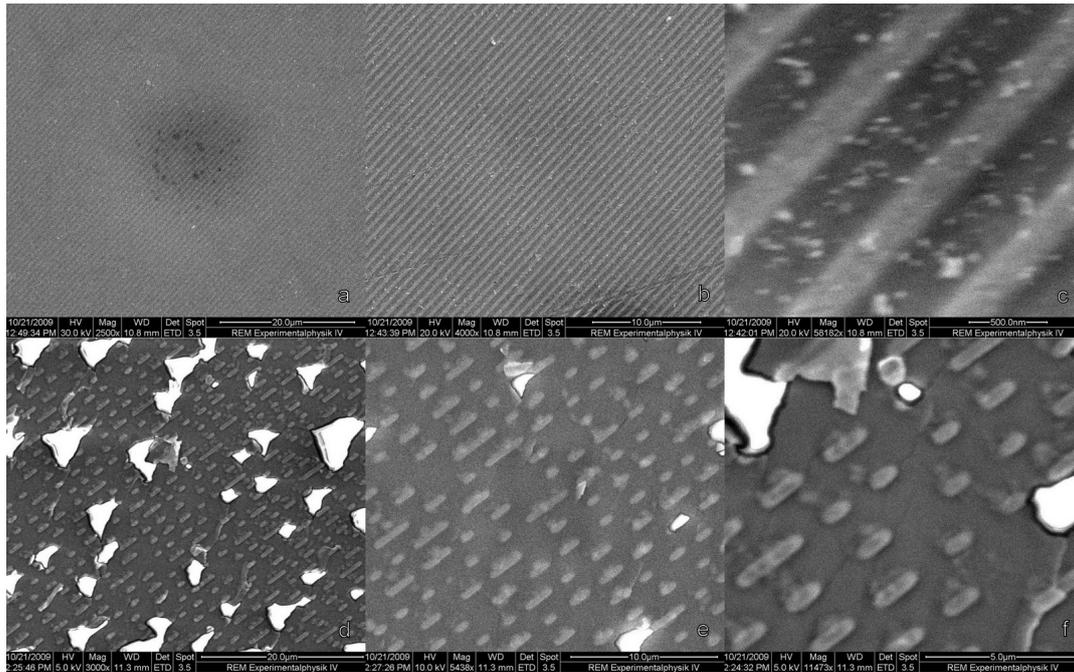
Bei der Untersuchung von Proben optischer Datenträger (Compact Disc und Digital Versatile Disc) mit Hilfe eines REM wird deren charakteristische Oberflächenstruktur deutlich erkennbar. Durch Vergleich der angefertigten Aufnahmen mit einem bekannten REM-Bild einer CD (siehe Abbildung 13) lässt sich zuordnen, welche der angefertigten Aufnahmen von einer CD und welche von einer DVD abstammen. Für die Belegung der Abstammung wird außerdem die Tatsache ausgenutzt, dass eine DVD eine höhere Speicherkapazität – also eine höhere Informationsmenge pro Flächeneinheit (Aufzeichnungsdichte) – als eine CD mit gleichem Durchmesser aufweist. Anhand dieser Überlegung und dem bekannten CD-REM-Bild kann die Zuordnung bei den CD- und DVD-Aufnahmen in Abbildung 14 durchgeführt werden – zu erkennen ist, dass die Spurbreite bei CDs  $\sim 1,6 \mu\text{m}$ , bei DVDs  $\sim 0,75 \mu\text{m}$  beträgt. Zusätzlich sind bei der DVD nur die Spuren zu erkennen und keine sogenannten Pits und Lands, so dass der hier untersuchte Teil der DVD nicht beschrieben ist (anders zu der CD). Durch die deutliche Abzeichnung der DVD-Spuren, die durch den Materialkontrast von Spur- und Zwischenspurmaterial (Polycarbonat) hervorgerufen werden, handelt es sich hier auch um eine DVD-R oder DVD-RW,



**Abbildung 13:** Oberflächenstrukturen einer CD ohne Schutzlack ([Wikimedia Commons, 2007](#))

da bei industrieller Fertigung von DVDs die Pits und Lands in das Polycarbonat gedrückt werden und keine unterschiedlichen Materialien für Spur- und Zwischenspur benötigt werden.

Neben dem Materialkontrast bei DVD's und CD's lassen sich noch zusätzliche Effekte beobachten. Trotz des relativ hohen Vakuums befinden sich in der Probenkammer Kohlenstoffverbindungen, die mit dem Elektronenstrahl wechselwirken. Die zu untersuchenden Proben werden typischerweise bei Raumluft aufbewahrt. Luft enthält jedoch Kohlenwasserstoffe (sowie Kohlendioxid), die mit der Zeit auf die Probenoberfläche abgeschieden werden. Auch beim Wechseln der Proben gelangen Kohlenstoffverbindungen in die Probenkammer. Ein intensiver Elektronenbeschuss bewirkt, dass sich dieser zunächst in amorphen Kohlenstoff, später sogar in Graphit umwandeln können und auf der Probenoberfläche abgelagert wird. Dieser Effekt ist hier deutlich an dem dunklen Bereich im Zentrum der Abbildung 14a) erkennbar. Bei den Vergrößerungen in Abbildung 14b-c) wurde in diesen Bereich hereingezoomt – vor der Vergrößerung war dieser Bereich noch nicht dunkler. Auffällig ist außerdem die mechanische Wirkung des Elektronenstrahls auf die Schicht der DVD, der dunkle Bereich scheint tiefer zu liegen und



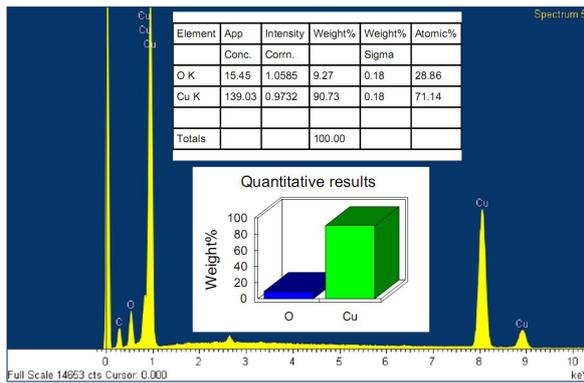
**Abbildung 14:** Oberflächenstrukturen einer DVD bzw. CD bei variablen Vergrößerungen  
**a) – c)** DVD (unbeschrieben) **d) – f)** CD (beschrieben)

durch die Vergrößerung und Konzentrierung des Elektronenstrahls auf einen kleinen Bereich eine Mulde geformt zu haben – dieser Effekt konnte reproduziert werden und die Stärke der Verformung hängt von der Einwirkzeit des Elektronenstrahls auf einen kleinen Bereich ab. Die Elektronen müssen demnach die schützende Oberflächenschicht der DVD durchgeschlagen und diese verformt sowie verändert haben. Bei den hellen Objekten die in Abbildung 14c) deutlich erkennbar sind, handelt es sich demnach wahrscheinlich nicht um Verschmutzung der DVD-Oberfläche, sondern eher um Einschlüsse in dieser schützenden Schicht (Veränderung der DVD-Schicht wie sie auch bei einem DVD-Brenner durch den Schreib-Laser hervorgerufen wird). Diese Annahme basiert darauf, dass die industriell beschriebene CD (siehe Abbildung 14d-f) dieses Merkmal nicht aufweist. Bei diesen Aufnahmen wurde die Datenschicht ohne den Schutzlack untersucht. Man erkennt noch deutlich die hellen, unförmigen Struk-

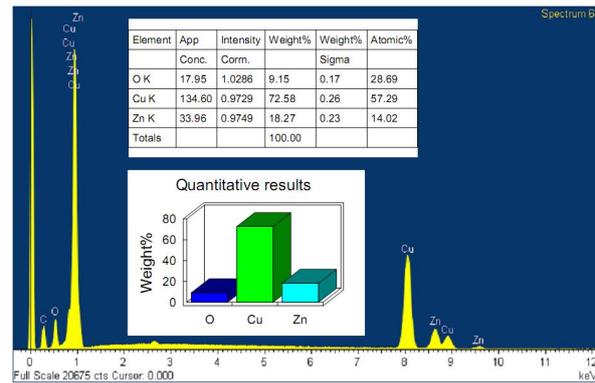
turen, bei denen es sich um die Abrisspuren bei der Probenpräparation handelt. Darüber hinaus lässt sich bei diesen Aufnahmen (siehe Abbildung 14) abermals die Wirkung der Beschleunigungsspannung verdeutlichen. Bei der „dickeren“ DVD-Probe lag diese Spannung bei 20 bis 30 kV, hingegen bei der „dünnen“ CD-Probe bei 5 bis 10 kV. Niedrige Beschleunigungsspannungen ließen keinerlei regelmäßige Strukturen auf der DVD-Probe erkennen. Hohe Beschleunigungsspannungen ergaben bei der untersuchten CD-Probe keinerlei Kontrast, die Probe wurde praktisch durchgestrahlt.

### 3.6 Elementanalyse (EDX)

Bei der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit den Probeatomen wird charakteristische Röntgenstrahlung emittiert, die bei der EDX-Spektroskopie für die Elementanalyse verwendet wird. Vor Beginn der EDX-Analyse wurde



**Abbildung 15:** Spektrum der 1-Pfennig Münze (Bundesrepublik Deutschland)



**Abbildung 16:** Spektrum der 10-Pfennig Münze (Bundesrepublik Deutschland)

der Detektor für die Röntgenstrahlung über die Anwendung Inca kalibriert. Dazu wurde die Beschleunigungsspannung auf 20 kV eingestellt und der Elektronenstrahl auf eine Silizium-Probe ausgerichtet, wobei die Arbeitsentfernung (WD, working distance) auf 10 mm eingestellt wurde. Die Einstellung des Fokus ist über die z-Richtung des Probenstisches durchgeführt worden. Angesichts der Abscheidung von Kohlenstoff auf der Probenoberfläche (siehe oben) wird in der Anwendung angegeben, dass die Probe eine Kohlenstoffbeschichtung besitzt und diese für bei der Auswertung anwendungsseitig bereits nicht berücksichtigt. Zusätzlich wurde die *life time* auf 150 s sowie die *dead time* auf ca. 30% eingestellt um eine *acquisition rate* von ca. 3 kcps zu erhalten. Die Einstellung der *dead time* erfolgte dabei über die Änderung der Spot-Size auf 3.2. Die Zuordnung der einzelnen Elemente übernimmt die Anwendung Inca, wobei es vorteilhaft ist, diese schon im Vorfeld ansatzweise gut zu kennen. Für die von uns untersuchten Objekte, eine 1-Pfennig (Kupfer-plattiertes Eisen) sowie eine 10-Pfennig Münze (Tombak-plattiertes Eisen) sind die erhaltenen Spektren in Abbildung 15 und 16 wiedergegeben.

Zunächst ist es etwas verwunderlich, dass Eisen nicht als eines der Bestandteile bei den untersuchten Münzen aufgeführt wird, obwohl

dies der Fall sein sollte. Dieser Umstand lässt sich darauf zurückführen, dass die hochenergetischen Elektronen nur oberflächlich in die Münzen eindringen können und somit den Eisenkern gar nicht erreichen. Erstaunlicherweise werden in beiden Fällen Spektrellinien nachgewiesen die zunächst nicht zu den untersuchten Metallen passen wollen. Den Sauerstoff (bei 0,5 keV in Abbildung 15 und 16) können wir relativ schnell im Kupferoxid, welches die Münzen bedeckt, identifizieren. Bedenken wir, dass bei der Wechselwirkung von Kupfer bzw. Kupferlegierungen mit der Luft, Erde, Wasser, Salzen und Säuren Kupferpatina entsteht, so können wir auch die Herkunft der Chlorlinie (bei 2,6 keV in Abbildung 15 und 16) im Spektrum der Münzen erklären. Kupferpatina besteht u. a. aus Kupfer-Chlorid-Hydroxid-Gemischen, wobei Chlorid verschiedene chemische Verbindungen von Chlor darstellt. Unglücklicherweise wurde Chlor von der Darstellung ausgenommen, da zunächst dessen Auftauchen im Linienspektrum nicht verifizieren werden konnte. Die im Vergleich zu den anderen Linien eher geringere Intensität von Chlor beeinflusste das Endergebnis der EDX-Analyse jedoch nur unwesentlich. Für die 1-Pfennig-Münze konnte, neben den Oxiden und Chloriden, eine Plattierung durch Kupfer nachgewiesen werden – dies entspricht

auch der erwarteten Zusammensetzung. Bei der 10-Pfennig-Münze konnte eine Oberflächenzusammensetzung von  $\sim 72\%$  Kupfer und  $\sim 18\%$  Zink ermittelt werden, was der Zusammensetzung von Tombak (einer Messinglegierung) entspricht (Mikolajczyk, 2009).

## 4 Fazit

---

Im Verlauf des Versuchs konnten anhand der untersuchten Proben die physikalischen Prozesse, die zur Erstellung hochwertiger Bilder mit Hilfe des REM bedacht werden müssen, verifiziert werden. Allem voran konnten die Funktionsweise des REM, die Bildentstehung sowie die Analysemöglichkeiten praktisch erschlossen werden, so dass bereits nach einer kurzen Einweisungsphase gute Bilder aufgenommen und die Analysen durchgeführt werden konnte.

## A Anhang

### A.2 Fit-Modelle

#### A.1 Messwerte

**Tabelle 1:** Messung des Probenstroms in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung bei einer Spot-Size von 1,0

$U_B$ [V]	$I_P$ [nA]
5	-0,005
7,5	-0,007
10	-0,009
12,5	-0,012
15	-0,014
20	-0,018
25	-0,026
30	-0,032

**Tabelle 2:** Messung des Probenstroms in Abhängigkeit von der Spot-Size bei einer Beschleunigungsspannung von  $U_B = 20$  kV

Spot-Size [a. u.]	$I_P$ [nA]
1,0	-0,019
1,3	-0,022
1,5	-0,026
1,8	-0,036
2,0	-0,049
2,3	-0,065
2,5	-0,081
2,8	-0,128
3,0	-0,184
3,1	-0,207
3,3	-0,257
3,4	-0,290
3,5	-0,327
3,6	-0,379
3,7	-0,440
3,8	-0,519
3,9	-0,622
4,0	-0,467

**Tabelle 3:** Fit-Modell für die Abhängigkeit des Probenstroms von der Beschleunigungsspannung

$I_P = I_{P,0} + A \exp \{U_B/U_{B,0}\}$	
$I_{P,0}$	$(0,023 \pm 0,011)$ nA
$A$	$(-0,025 \pm 0,011)$ nA
$U_{B,0}$	$(37 \pm 11)$ kV
$\chi^2$	$4,7 \cdot 10^{-7}$
$R^2$	99,5 %

**Tabelle 4:** Fit-Modell für die Abhängigkeit des Probenstroms vom Strahldurchmesser  $D$

$I_P = I_{P,0} + A \exp \{D/D_0\}$	
$I_{P,0}$	$(-0,012 \pm 0,006)$ nA
$A$	$(-0,0017 \pm 0,0003)$ nA
$D_0$	$(0,668 \pm 0,023)$
$\chi^2$	$9,3 \cdot 10^{-5}$
$R^2$	99,7 %

## Literatur

---

- R. Feres und G. Yablonsky. Knudsen's cosine law and random billiards. *Chemical Engineering Science*, 59: 1541 – 1556, 2004.
- John Greenwood. The correct and incorrect generation of a cosine distribution of scattered particles for Monte-Carlo modelling of vacuum systems. *Vacuum*, 67:217 – 222, 2002.
- Rudolf Gross und Achim Marx. Festkörperphysik. Vorlesungsskript zur Vorlesung im WS 2004/2005, Walther-Meissner-Institut. Lehrstuhl für Technische Physik. Garching., 2004.
- Frank Mikolajczyk. Kursmünzen der Bundesrepublik Deutschland. 1 Pfennig bis 5 D-Mark, 2009. URL <http://www.germanycash.de/mark/muenzen-bundesrepublik-deutschland.html>. [Online; Stand 31.10.2009].
- Remhof. *Versuch 507 – Rasterelektronenmikroskopie*. Ruhr Universität Bochum, 2005. Versuchsanleitung zum Praktikum für Fortgeschrittene an der Ruhr-Universität Bochum, Version vom 14.01.2005.
- Harald Rose. Eine Brille für Elektronen. *Physik Journal*, 8(8/9):1617-9437/09/0909-61, 2009.
- Wikimedia Commons. SEM micrograph of compact disc, 2007. URL [http://commons.wikimedia.org/wiki/File:REM\\_CD\\_GEPRESST.jpg](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:REM_CD_GEPRESST.jpg). [Online; Stand 24. Oktober 2009].
- Wikipedia. Rasterelektronenmikroskop — Wikipedia, Die freie Enzyklopädie, 2009. URL <http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Rasterelektronenmikroskop&oldid=65255397>. [Online; Stand 24. Oktober 2009].

### Liste der Versionen

Version	Datum	Bearbeiter	Bemerkung
0.9	21.10.2009	Kat/Krä	Versuchsdurchführung
1.0	31.10.2009	Kat/Krä	Versuchsauswertung
1.1	26.11.2009	Krä	kleinere Korrekturen