

Das Rasterelektronenmikroskop (REM)

Dr. Günter Bertsche
C10A29
Tel: 29 76351

Die nachfolgend aufgeführten Punkte dienen als Leitfaden zur Vorbereitung auf den Versuch:

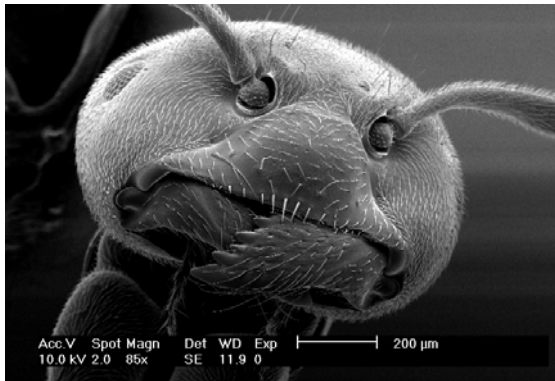
- ❖ Aufbau des Rasterelektronenmikroskops
 - Strahlerzeuger, Linsensystem, Rastersystem, Everhart-Thornley-Detektor
- ❖ Effekte an der Probe durch Beschuss mit Primärelektronen (PE)
 - Wechselwirkungen, Elektronendiffusionswolke (Streubirne), Wechselwirkungsprodukte, Energieverteilung der Elektronen
- ❖ Eigenschaften der Sekundärelektronen (SE)
 - Energieverteilung
 - Richtungsverteilung
 - Sekundärelektronenausbeute δ
 - Abhängigkeit von der Energie der PE, vom Probenmaterial und vom Einstrahlwinkel
 - Beitrag der Rückstreuелеktronen zum Sekundärelektronensignal
- ❖ Eigenschaften der Rückstreuелеktronen (RE)
 - Energieverteilung
 - Richtungsverteilung
 - Rückstreuекoeffizient η
 - Abhängigkeit von der Energie der PE, vom Probenmaterial und vom Einstrahlwinkel
- ❖ Kontrastarten im REM
 - Topografiekontrastarten
 - Flächenneigungskontrast
 - Abschattungskontrast
 - Kanteneffekt
 - Rauigkeitskontrast
 - Materialkontrast
 - Potentialkontrast
 - Magnetfeldkontrast
 - Kristallorientierungskontrast
- ❖ Auflösungsvermögen des REM
 - Auflösungsgrenze aufgrund von Bildfehlern
- ❖ Schärfentiefe
- ❖ Anforderungen an die Probe
- ❖ Materialanalyse im REM (EDX)

Die einzelnen Themen werden im Folgenden kurz behandelt, wobei sich die Darstellung nur auf das Wesentliche beschränkt. Zum weiteren Studium sei auf die Literatur (s. Seite 18) verwiesen.

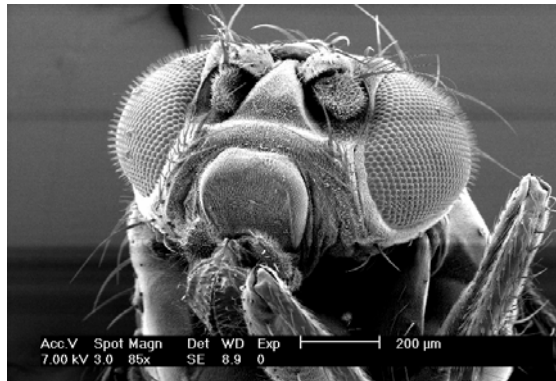
Einleitung

Das REM ist ein wichtiges Gerät zur Oberflächenstrukturanalyse massiver Proben, das in der Forschung und Entwicklung in Bereichen wie der Halbleiterphysik, der Nanotechnologie bis hin zur Biologie weit verbreitet ist.

Bei dieser Mikroskopiemethode wird ein sehr fein gebündelter Elektronenstrahl zeilenweise über die Objektoberfläche geführt. Die dabei durch die Primärelektronen im Objekt erzeugten Wechselwirkungsprodukte (Sekundärelektronen, Röntgenstrahlen, etc.) werden erfasst und zur Bilddarstellung verwendet. Mit dem REM können Strukturen mit einem Auflösungsvermögen von nur wenigen Nanometern mit einer gegenüber dem Lichtmikroskop 1000 mal größeren Schärfentiefe untersucht werden.

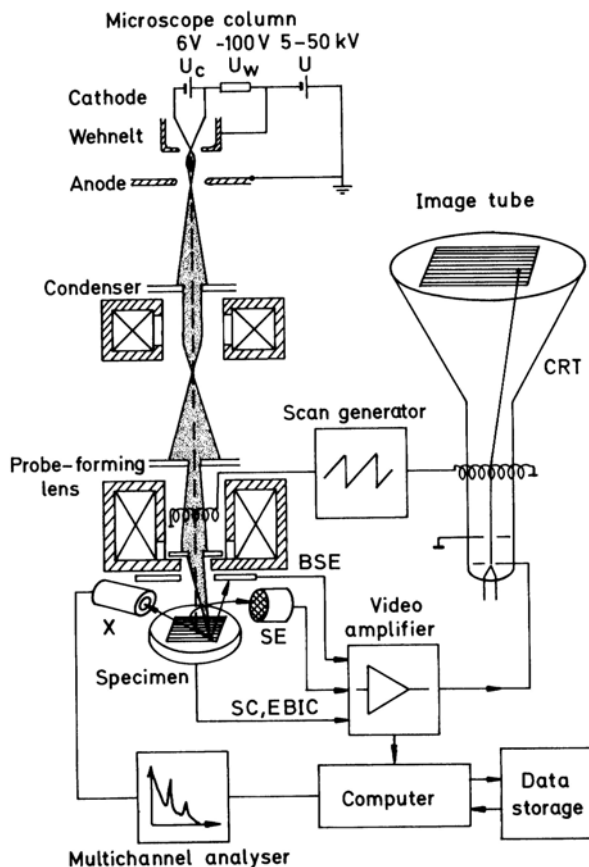


REM-Bild einer Ameise



REM-Bild einer Drosophila-Fliege

1. Prinzipieller Aufbau des Rasterelektronenmikroskops



Das REM besteht aus folgenden Komponenten, die im Folgenden einzeln näher beschrieben werden:

- Strahlerzeuger (z.B. thermischer Strahlerzeuger: Kathode, Anode, Wehneltzylinder)
- Linsensystem: Kondensorlinsen, Objektivlinse zur Verkleinerung des Crossovers auf die Probe.
- Ablenkelemente: Ablenker zur Strahljustage, Rastereinheit zur zeilenweisen Abrasterung des Elektronenstrahls über die Probe, Stigmator zur Korrektur des Astigmatismus.
- Detektoren: Everhart-Thornley-Detektor, Halbleiterdetektor, etc.
- Bildgebungssystem

Abbildung 1: Schematischer Aufbau und Prinzip des REM

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 1.1, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

1.1 Strahlerzeuger

Prinzipiell lassen sich freie Elektronen mittels thermischer Emission, Schottky-Emission oder Feldemission erzeugen.

a.) Thermischer Emittor

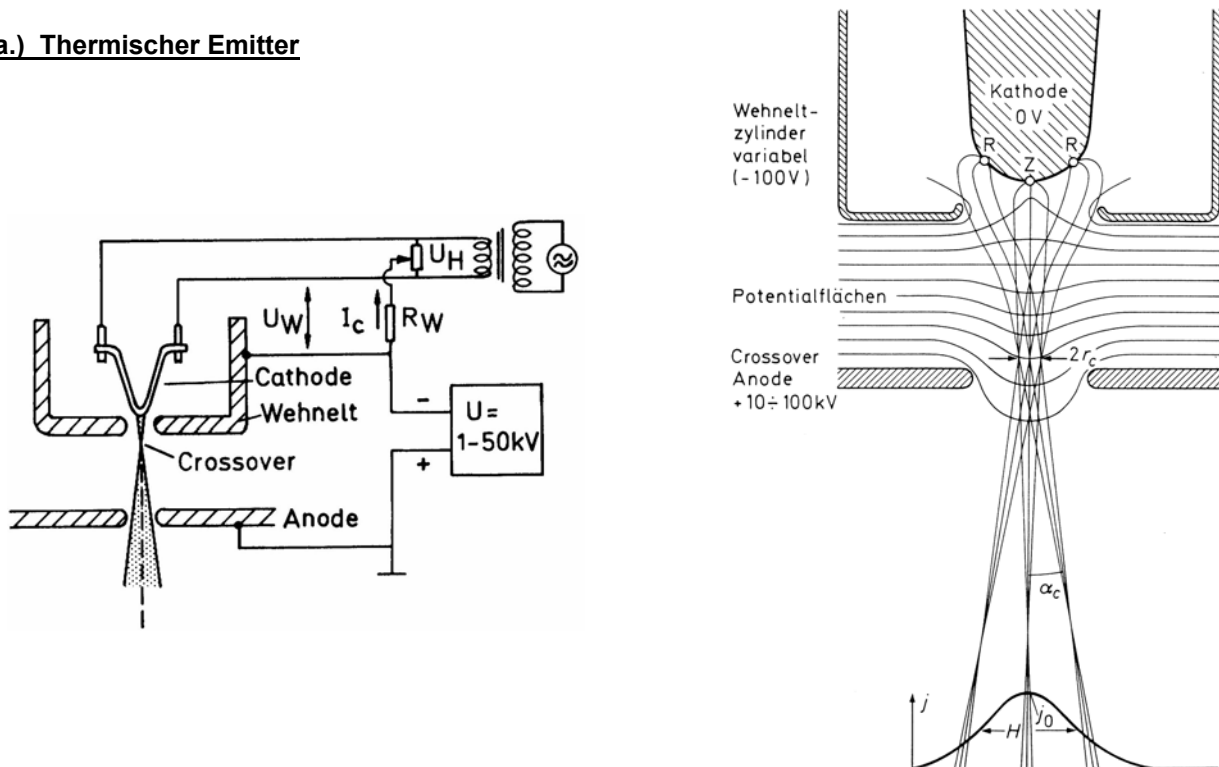


Abbildung 2: Thermischer Emittor, bestehend aus Kathode, Wehneltzylinder und Anode. Das Potential des Wehneltzylinders ist gegenüber der Kathode um ca. 100 V negativer. Dies führt zur Bildung einer Raumladungswolke vor der Kathode, wodurch ein stabilerer Emissionsstrom erreicht wird. Des Weiteren bewirkt die Potentialverteilung des Wehneltzylinders eine Bündelung der Elektronen im Crossover mit einem Durchmesser von $2r_c \approx 50 \mu m$.

b.) Schottky-Emitter:

Bei Anlegen eines externen elektrischen Feldes an die Kathode ergibt sich eine Verringerung der Austrittsarbeit um $\Delta\phi_w$ (s. Abb. 3). Diese als Schottky-Effekt bezeichnete Abnahme der effektiven Austrittsarbeit ist bei thermischen Kathoden vernachlässigbar. Bei einer Feldstärke von $E=10^6 V/cm$ ist $\Delta\phi_w \approx 0.4 eV$. Damit die Elektronen die verminderte Austrittsarbeit $\phi_{w,eff}$ überwinden können, wird die Kathode geheizt.

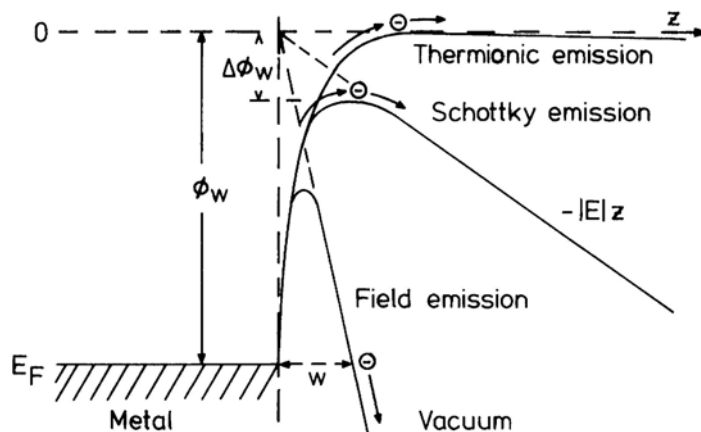


Abbildung 3: Potentialdiagramm für Elektronen am Metall-Vakuum-Übergang.

c.) Feldemitter

Die Feldemission beruht auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt.

An einer sehr scharfen Metallspitze (z.B. Wolfram) mit Krümmungsradius $r < 100$ nm wird durch eine angelegte Spannung eine elektrische Feldstärke erzeugt, die die Breite des Potentialwalls vor der Spitze auf wenige Nanometer vermindert. Elektronen nahe der Fermi-Energie können diesen Potentialwall durchtunneln und ins Vakuum austreten, wo sie dann mittels einer zweiten Anode auf ihre endgültige kinetische Energie $E = eU$ beschleunigt werden.

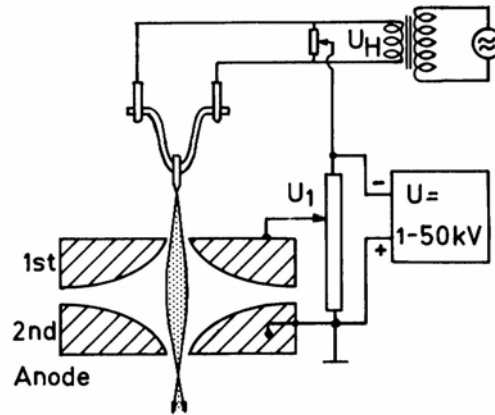


Abbildung 4: Bild eines Feld-Emitters.

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 2.2, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

In folgender Tabelle sind die wichtigsten Merkmale der verschiedenen Emittoren zusammengefasst:

	Thermischer Emittor	Schottky-Emittor	Feldemittor
Kathode	Wolfram, $\Phi=4,5$ eV $T=2500-3000$ K	ZrO/W, $\Phi=2,7$ eV, $T=1800$ K, $r < 1\mu\text{m}$	Wolfram, $\Phi=4,5$ eV $r < 0.1 \mu\text{m}$
Stromdichte	Richardson-Gleichung $j \propto T^2 \cdot e^{-\Phi/kT}$	$j \propto T^2 \cdot e^{-(\Phi-\Delta\Phi)/kT}$ mit $\Delta\Phi = \sqrt{\frac{e^3 E}{4\pi\epsilon_0}}$	Fowler-Nordheim-Glg. $j \propto \frac{E^2}{\Phi} \cdot e^{-\Phi^{3/2}/E}$
Richtstrahlwert [A/cm ² /sr]	10^5	10^8	10^9
Energiebreite [eV]	1	0,5	0,2
Quellgröße	50 μm (crossover, reell)	20 nm (virtuelle Quelle)	2,5 nm (virtuelle Quelle)
E-Feld [V/cm]	$\approx 10^4$	$\approx 10^6$	$\approx 10^7$
Vakuumanforderung	Gering $p \sim 10^{-5}$ mbar	Hoch $p \sim 10^{-8}$ mbar	Hoch $p \sim 10^{-10}$ mbar

- j: Stromdichte
- T: Temperatur
- Φ : Austrittsarbeit
- k: Boltzmannkonstante
- E: elektrische Feldstärke an der Spitze
- r: Spitzenradius

Richtstrahlwert β : Strom pro Raumwinkel und (abstrahlende) Fläche, konstant entlang der optischen Achse.

$$\beta = \frac{\Delta I}{\Delta A \cdot \Delta \Omega}$$

- ΔI Strom
- ΔA Flächenelement des Emitters
- $\Delta \Omega$ Raumwinkelelement

1.2 Linsensystem

Das Linsensystem des REM besteht aus ein bzw. zwei magnetischen Kondensorlinsen und einer magnetischen Objektivlinse. Es bewirkt eine mehrstufige Verkleinerung des Crossovers auf die Probe (Verkleinerung ca. 10.000 d.h. 100 μm Crossover \rightarrow 10 nm Elektronensonde).

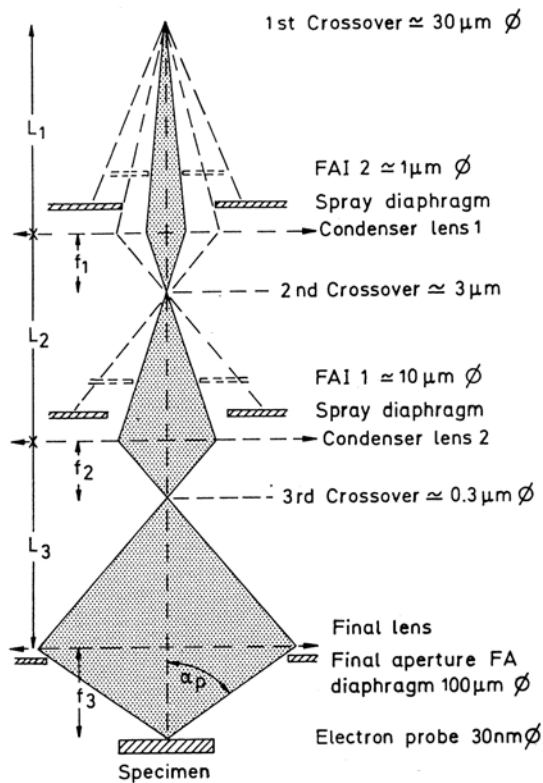


Abbildung 5: Schematische Darstellung des Strahlengangs im REM.

(Abb. 5, 6: © L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 2.13, 2.6, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

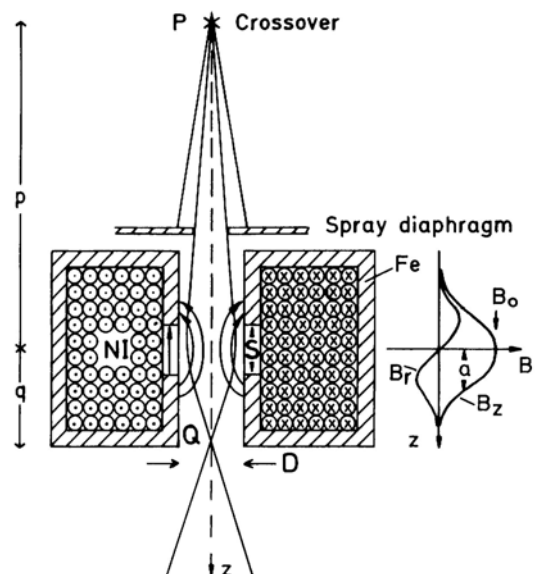


Abbildung 6: Typische Kondensorlinse im REM.

Linsenfehler/Auflösungsvermögen:

Prinzipiell ist das Auflösungsvermögen des REM durch die Größe der Primärelektronen(PE)-Sonde d_p auf der Probe begrenzt. Die Größe der PE-Sonde wird bestimmt von der Größe des ideal verkleinerten Bildes des Crossovers d_0 und den Fehlerscheibchen der verschiedenen Linsenfehler.

Das verkleinerte Bild des Crossovers d_0 lässt sich in Abhängigkeit des Richtstrahlwertes β , dem Sondenstrom I_p und der probenseitigen Apertur α berechnen:

$$\beta = \frac{\Delta I}{\Delta A \cdot \Delta \Omega} = \frac{I_p}{\frac{\pi}{4} d_0^2 \cdot \pi \alpha^2} \Rightarrow d_0 = \frac{2}{\pi} \sqrt{\frac{I_p}{\beta}} \frac{1}{\alpha} = C_0 \frac{1}{\alpha}$$

Um ein ausreichendes Signal-Rausch-Verhältnis zu erreichen ist ein Sondenstrom I_p von mindestens $10^{-12} - 10^{-11}$ A notwendig.

Sphärische Aberration: $d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3$ C_s sphärischer Aberrationskoeffizient
 $C_s \approx 10-20$ mm im REM ($C_s \approx 1-2$ mm im TEM)

Beugungsfehler: $d_B = 0.6 \frac{\lambda}{\alpha}$ $\lambda = h/mv$ DeBroglie-Wellenlänge des Elektrons

Berechnung von $\lambda = h/mv$:
 Für die kinetische Energie E eines durch die Spannung U beschleunigten Elektrons gilt:
 $E = eU = (m - m_0)c^2 = mc^2 - E_0 \rightarrow m = m_0(1 + E/E_0)$ mit $E_0 = m_0c^2 = 511$ keV.
 m ist die relativistische Masse, m_0 die Ruhemasse des Elektrons.

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - v^2/c^2}} \Rightarrow v = c \sqrt{1 - \frac{1}{(1 + E/E_0)^2}} \Rightarrow mv = \sqrt{2m_0 E(1 + E/2E_0)}$$

$$\Rightarrow \lambda = \frac{h}{mv} = \frac{hc}{\sqrt{2EE_0 + E^2}}$$

Beispiel:

E	1 eV	10 eV	1 keV	10 keV	100 keV
λ	1,2 nm	388 pm	39 pm	12 pm	4 pm

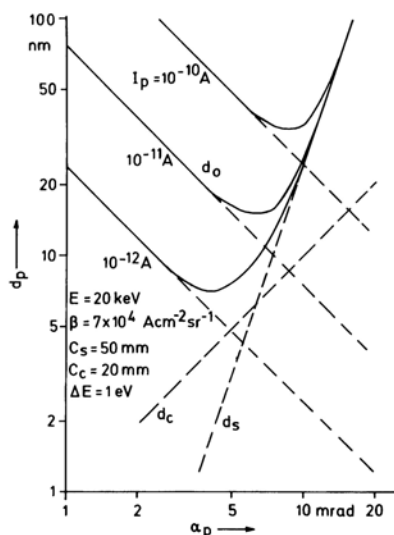
Chromatische Aberration: $d_c = C_c \frac{\Delta E}{E} \alpha$ C_c chromatischer Aberrationskoeffizient
 E Energie der PE
 ΔE Energiebreite

Axialer Astigmatismus: $d_A = \Delta f_A \alpha$ (wird korrigiert mit Stigmator)
 Δf_A Brennweitendifferenz

Der resultierende Sondendurchmesser d_p kann durch quadratische Überlagerung der Fehleranteile abgeschätzt werden:

$$d_p = \sqrt{d_o^2 + d_s^2 + d_B^2 + d_c^2} = d_p(\alpha)$$

Bei einem REM mit thermischer Kathode ist C_0 viel größer als die DeBroglie-Wellenlänge λ , so dass der Beugungsfehler vernachlässigt werden kann. Bei Elektronenenergien im Bereich $E = 10-20$ keV ist auch die chromatische Aberration aufgrund des Termes $\Delta E/E$ klein gegenüber d_o und d_s . In Abbildung 7 ist die Abhängigkeit des Sondendurchmessers von der Apertur dargestellt. Der kleinste Sondendurchmesser wird bei einer optimalen Apertur α_{opt} erreicht, die aus $\partial d_p / \partial \alpha = 0$ berechnet werden kann. Es ergibt sich $\alpha_{opt} = (4/3)^{1/8} (C_0 / C_s)^{1/4} \approx 5-10$ mrad und $d_{p,min} = (4/3)^{3/8} (C_0^3 C_s)^{1/4} \approx 5-10$ nm.



Schärfentiefe

Für die Schärfentiefe T gilt:
 $T = \delta / \tan \alpha$

Die kleine Apertur im REM führt folglich zu einer großen Schärfentiefe.
 δ bezeichnet die Größe der auf dem Monitor noch auflösbaren Objektdetails.

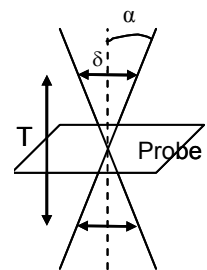


Abbildung 7: Sondendurchmesser d_p als Funktion der Apertur α für verschiedene Sondenströme I_p .

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 2.14, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

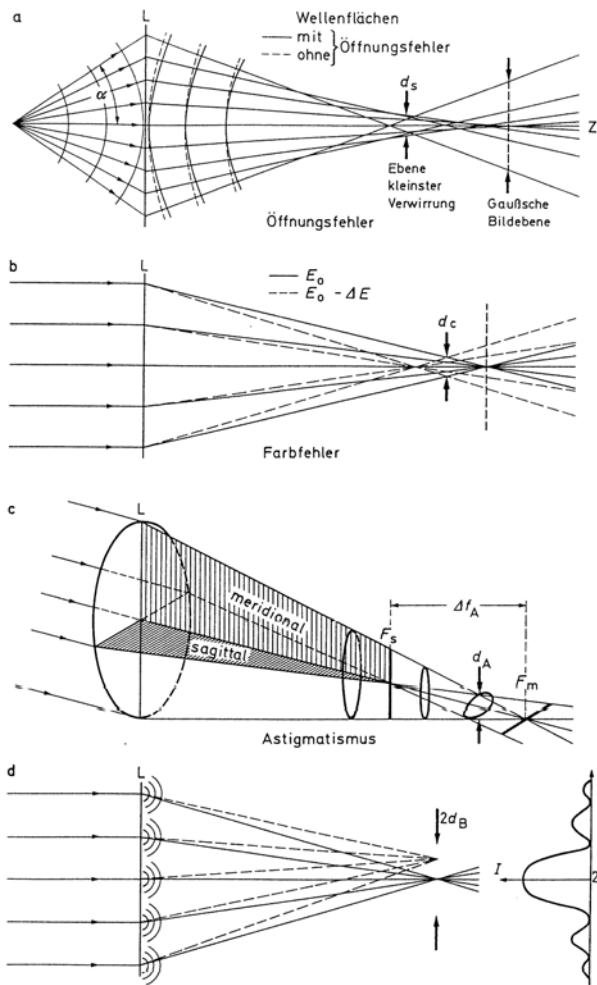


Abbildung 8: Die wichtigsten Linsenfehler im REM

1.3 Ablenkelemente

a.) Rastereinheit

Aufgabe der Rastereinheit ist es, den fein fokussierten PE-Strahl zeilenweise über das zu untersuchende Probengebiet zu führen. Hierbei wird ein Doppelablenksystem (pro Richtung) verwendet, um zu gewährleisten, dass der PE-Strahl beim Rastern immer durch das Zentrum der Aperturblende verläuft (s. Abb. 9).

Die in dem abgerasterten Probengebiet durch die PE ausgelösten Wechselwirkungsprodukte (s. weiter unten) werden erfasst und zur Bilddarstellung gebracht.

Die Vergrößerung M des Rasterverfahrens ergibt sich zu:

$$M = \frac{\text{Breite des Bildschirms}}{\text{Breite des abgerasterten Probenbereiches}}$$

b.) Stigmator

Eine Asymmetrie der Polschuhe, Aperturblende sowie durch Aufladungen erzeugte Unrundheiten von Blenden können zu einem astigmatischen Bild der PE-Strahlsonde auf der Probe führen. Dieser als Astigmatismus bezeichnete Bildfehler kann durch das elektrostatische Quadrupolfeld eines so genannten Stigmators kompensiert werden.

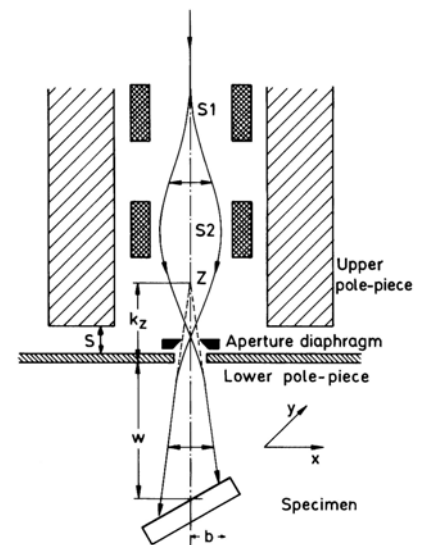
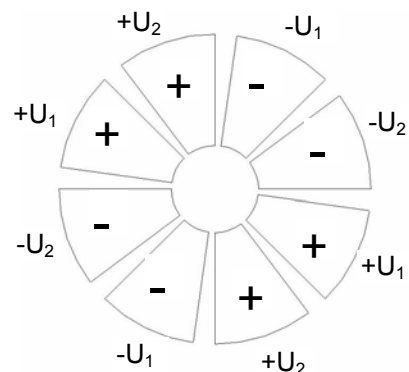


Abbildung 9: Objektivlinse mit Rastereinheit



Zur Detektion der durch die PE ausgelösten Wechselwirkungsprodukte wie Sekundärelektronen, Rückstreuerelektronen, Röntgenstrahlung (s. weiter unten) können verschiedene Detektoren eingesetzt werden:

Everhart-Thornley-Detektor (wird im Praktikum verwendet):

Der Everhart-Thornley-Detektor ist ein sehr rauscharmes Detektorsystem hoher Bandbreite zum Nachweis von Sekundär- und Rückstreuerelektronen (SE, RE).

Er besteht aus einer Kombination eines Szintillators und eines Photomultipliers. Im Szintillator (Plastikszintillator) erzeugen die Elektronen Photonen aufgrund von Kathodolumineszenz (10-15 Photonen pro 10 keV-Elektron, der Großteil der Elektronenenergie wird in Wärme umgewandelt). Der Szintillatorkopf ist von einem Kollektor mit einem Gitter, dessen Potential sich von -200 V bis +200 V variieren lässt umgeben. Befindet sich das Gitter auf positivem Potential werden die SE angezogen und gesammelt. Bei negativem Potential (<-50 V) können keine SE das Gitter überwinden, nur die energiereicheren RE können dann den Szintillator erreichen.

Die Szintillatoroberfläche ist mit einer 50-100 nm dicken Schicht Aluminium bedampft und befindet sich auf einem Potential von 10 kV ist. Die SE, die das Kollektorgitter passiert haben, werden folglich auf den Szintillator beschleunigt, durchdringen die Metallschicht und erzeugen ca. 3000 Elektron-Loch-Paare, von denen ca. 1-3 % an Lumineszenzzentren zu Photonen rekombinieren.

Ein Teil der Photonen wird aufgrund von Totalreflexion entlang des Lichtleiters (Plexiglas, Quarzglas) zur Photokathode des Photomultipliers geführt, wo sie mit einer Ausbeute von 5-20 % Photoelektronen auslösen (Anmerkung: Pro auf den Szintillator treffendes SE werden nur ca. 1-10 Photoelektronen erzeugt. Diese relativ kleine Konversionsrate zeigt jedoch ein außerordentlich geringes Rauschen). Die Photoelektronen werden anschließend auf die erste Dynode (ca. +100 V) beschleunigt wo sie Sekundärelektronen auslösen, die über weitere Dynoden lawinenartig verstärkt werden. Durch Verändern der Photomultiplier-Spannung kann die Verstärkung über mehrere Größenordnungen variiert werden.

Am Ausgangswiderstand R (~1 MΩ) erzeugt der Elektronenpuls einen Spannungspuls, der weiter elektronisch verstärkt werden kann und zur Bildsteuerung verwendet wird.

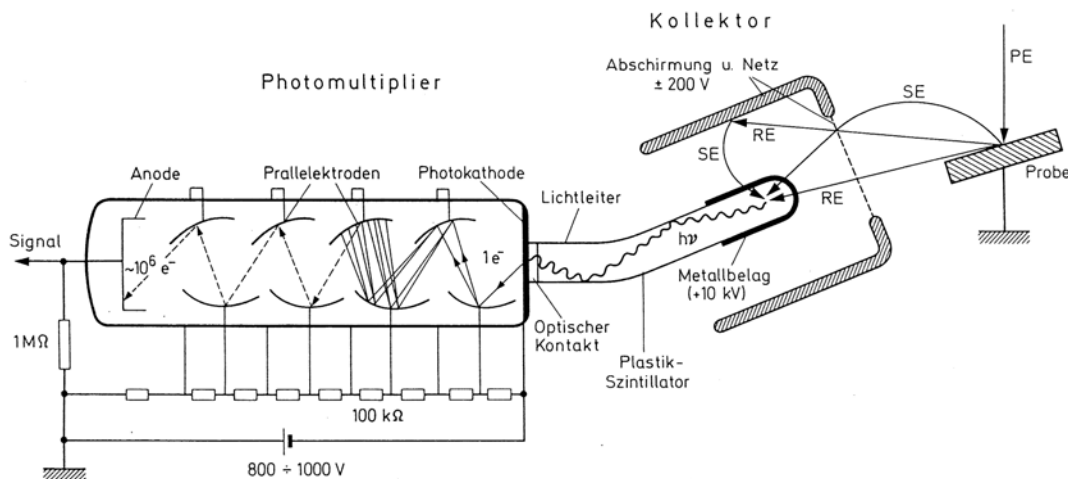


Abbildung 10: Schematischer Aufbau des Everhart-Thornley-Detektors.

(© L.Reimer, G. Pfefferkorn: Rasterelektronenmikroskopie, 2.Aufl. 1977, Fig. 5.1, mit freundlicher Genehmigung)

Halbleiterdetektor:

Dieser Detektortyp ist zur Detektion von Rückstreuerelektronen (RE) geeignet.

Die nachzuweisenden RE erzeugen in einem p-n-Übergang Elektron-Loch-Paare. Die Ladungsträger werden in der Verarmungszone getrennt, was zu einem Stromsignal führt.

Halbleiterdetektoren zeichnen sich durch eine sehr kompakte Bauform aus. Mit einem oberhalb der Probe ringförmig angeordneten Halbleiterdetektor lassen sich RE in einem großen Raumwinkelbereich nachweisen.

1.4 Bildgebungssystem

Das REM-Bild wird auf einem Monitor dargestellt, wobei die Bildarstellung mit der Rasterung des PE-Strahls über die Probe synchronisiert ist. Das Photomultiplier-Ausgangssignal steuert hierbei die Bildhelligkeit. Sie kann über die Photomultiplier-Hochspannung variiert werden. Der Kontrast kann durch Subtraktion einer Gleichspannung (Untergrund) vom Videosignal verstärkt werden, um geringe Intensitätsunterschiede noch sichtbar zu machen.

2 Wechselwirkung Elektron-Materie

Die auf die Probe einfallenden PE wechselwirken auf elastische und inelastische Weise mit dem Probenmaterial. Der Probenbereich in dem die Wechselwirkung stattfindet wird als Elektronendiffusionswolke oder Streubirne bezeichnet.

Die Reichweite R der PE in der Probe ist abhängig von der PE-Energie sowie dem Probenmaterial und beträgt $R \approx 0.1-10 \mu\text{m}$. Für R gilt näherungsweise $R \approx E_{PE}^n$ mit $1.3 \leq n \leq 1.7$.

Die maximale Informationstiefe T beträgt etwa die Hälfte der PE-Reichweite $T \approx \frac{1}{2}R$.

In Abbildung 11 ist die Elektronendiffusionswolke mit den wichtigsten Wechselwirkungsprozessen und ihrer Informationsbereiche (a) sowie die Abhängigkeit der Form und Größe der Streubirne von der Ordnungszahl und der PE-Energie (b) schematisch dargestellt.

Aufgrund der Wechselwirkung der PE mit der Probe wird ein Spektrum von Elektronen unterschiedlicher Energie emittiert (s. Abb. 12).

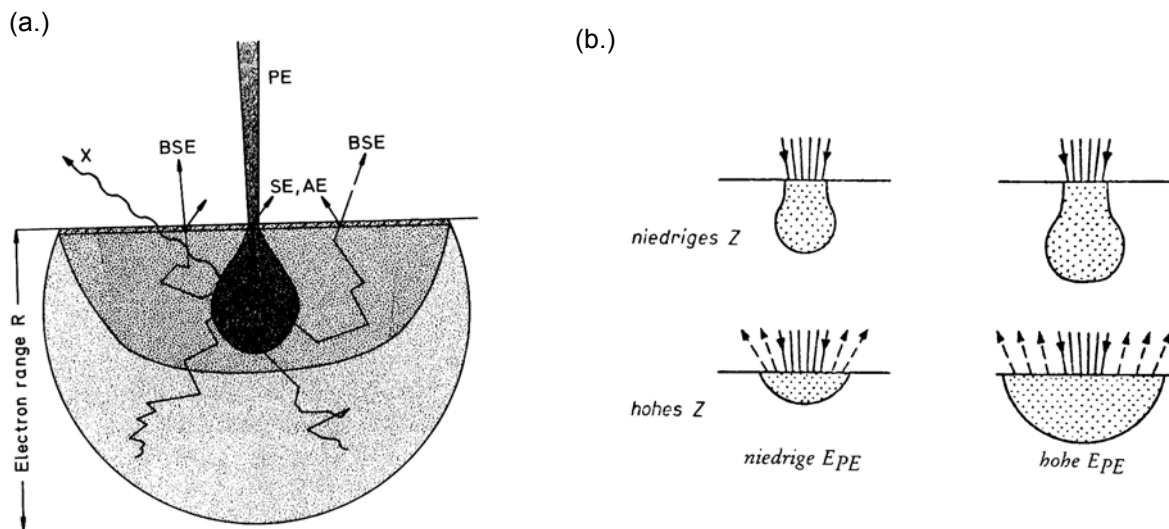


Abbildung 11: Elektronendiffusionswolke

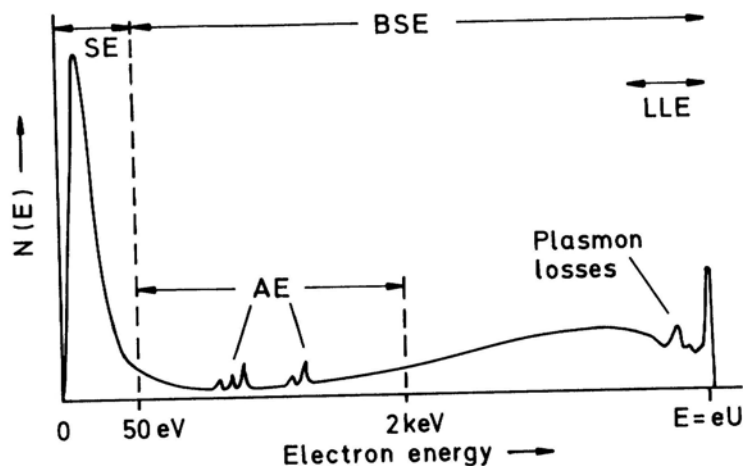


Abbildung 12: Energiespektrum der emittierten Elektronen

Im Folgenden werden die wichtigsten Wechselwirkungsprodukte kurz erläutert:

Sekundärelektronen (SE)

Als SE werden alle Elektronen bezeichnet, deren Energie unter 50 eV liegt. Ihre wahrscheinlichste Energie beträgt 2-5 eV. Sie stammen aufgrund ihrer geringen Energie und somit geringen Reichweite aus einer dünnen Oberflächenschicht der Dicke 0,5 – 2 nm.

Die SE entstehen durch inelastische Wechselwirkung der PE mit der Atomhülle des Probenmaterials (Ionisation).

Rückstreuelektronen (RE)

Alle Elektronen mit einer Energie größer als 50 eV werden als RE bezeichnet.

Bei dem breiten Spektrum der RE (von 50 eV bis zur PE-Energie $E=eU$) handelt es sich um PE, die aufgrund von Vielfachstreuung innerhalb der Streubirne unterschiedlich viel Energie verloren haben. Die RE treten aus der Schnittfläche der Objektoberfläche mit der Streubirne aus. Der Durchmesser der Austrittsfläche wie auch die Austrittstiefe T liegen in der Größenordnung von μm .

Auger-Elektronen (AE)

AE entstehen aufgrund von Ionisation und Anregung einer inneren Schale E_1 . Beim Übergang eines Elektrons einer energetisch höheren Schale E_2 in das energetisch niederere ionisierte Niveau wird die Energie $\Delta E = E_2 - E_1$ in Form eines Röntgenquants $h\nu = \Delta E$ frei, oder sie kann auf ein anderes Hüllelektron übertragen werden, das die Probe als Auger-Elektron mit für das Probenmaterial charakteristischer Energie verlässt.

Wie die SE stammen auch die AE aufgrund ihrer geringen Energie aus einer geringen Probentiefe von wenigen Nanometern.

Plasmon-Loss-Elektronen (PL)

Elektronen, die das Elektronenplasma zu Dichteschwingungen anregen erleiden einen charakteristischen Energieverlust.

Elastisch gestreute Elektronen (ELE)

Um auch mit RE hohe Auflösung zu erreichen, können die nahezu elastisch gestreuten RE (so genannte Low-Loss-Elektronen) verwendet werden, die wie die SE und AE aus einer oberflächennahen Probenschicht stammen.

Charakteristische Röntgenstrahlung

Bei der Anregung und Ionisation einer inneren Atomschale und anschließendem Übergang in den Grundzustand tritt als Konkurrenzprozess zur Erzeugung von Auger-Elektronen die Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung auf. Sie ist elementspezifisch und kann wie die Auger-Elektronen zu Analyse des Probenmaterials verwendet werden.

Bei Kernen mit kleiner Ordnungszahl ($Z < 20$) tritt überwiegend Emission von Auger-Elektronen auf, bei höherer Ordnungszahl dominiert die Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung.

Kathodolumineszenz

Außer Röntgenquanten können bei der Anregung und Relaxation von Probenatomen auch Photonen im sichtbaren Bereich emittiert werden.

Phononen / Wärme

Der größte Anteil der PE-Energie wird bei der inelastischen Wechselwirkung der PE in Form von Phononenanregung bzw. als Wärme dissipiert. Im Allgemeinen ist die thermische Leitfähigkeit der untersuchten Probe groß genug, so dass ein thermisches Aufheizen der Probe kein Problem darstellt.

Prinzipiell lassen sich alle oben dargestellten Wechselwirkungsprodukte zur Bilddarstellung verwenden. Zur Topografieabbildung von Proben beschränkt man sich jedoch meistens auf die Detektion der Sekundär- und Rückstreuerelektronen. Auf ihre Eigenschaften wird im Folgenden näher eingegangen.

Definitionen:

Sekundärelektronenausbeute δ :
$$\delta = \frac{\text{Anzahl der emittierten Sekundärelektronen}}{\text{Anzahl der Primärelektronen}}$$

Rückstreukoeffizient η :
$$\eta = \frac{\text{Anzahl der emittierten Rückstreuerelektronen}}{\text{Anzahl der Primärelektronen}}$$

3.1 Sekundärelektronen (SE)

Energieverteilung:

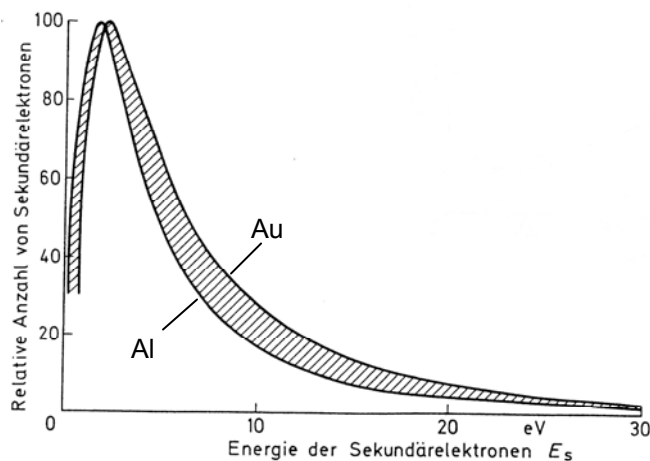


Abbildung 13: Energiespektren der Sekundärelektronen für verschiedene Probenmaterialien

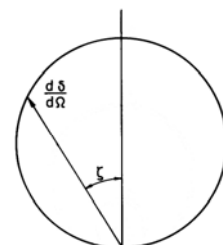
(© L.Reimer, G. Pfefferkorn: Rasterelektronenmikroskopie, 2.Aufl. 1977, Fig. 2.21, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

Richtungsverteilung:

Die Richtungsverteilung der SE folgt dem Lambert'schen Gesetz:

$$\frac{d\delta}{d\Omega} = \frac{\delta}{\pi} \cos \xi$$

(ξ ist der Emissionswinkel relativ zur Oberflächennormalen)



Abhängigkeit von der PE-Energie E_{PE} :

δ steigt mit zunehmender Energie der PE bis zu einem Maximum bei einer PE-Energie von einigen 100 eV an und fällt dann wieder ab (s. Abb. 14).

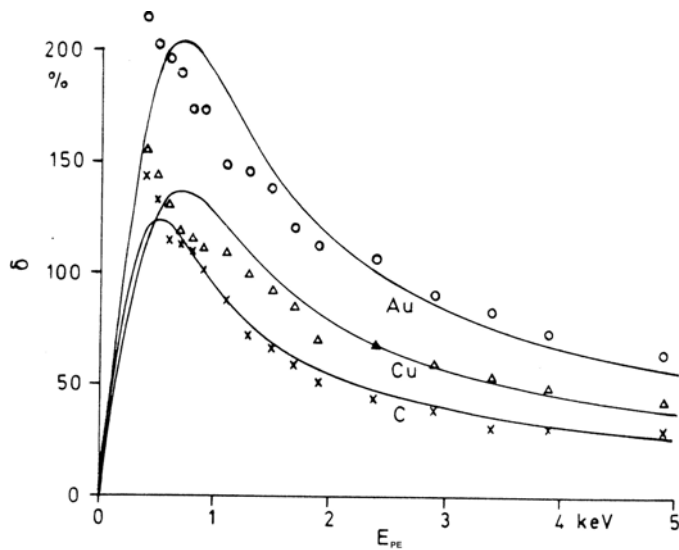


Abbildung 14: δ in Abhängigkeit von der Energie der PE.

Materialabhängigkeit:

Im Mittel steigt δ mit steigender Ordnungszahl Z des Probenmaterials leicht an (s. Abb. 17).

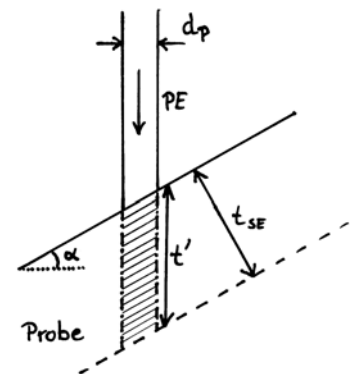
Abhängigkeit vom Einfallswinkel der PE:

δ steigt mit zunehmendem Einfallswinkel α der PE gegen die Oberflächennormale an.

Mit steigendem Winkel α wächst die Wechselwirkungsstrecke t' der PE in der oberflächennahen Schicht der Dicke t_{SE} (Austrittstiefe der SE).

Näherungsweise gilt:

$$\delta \sim t' = t_{SE} / \cos \alpha \rightarrow \delta = \frac{\delta_0}{\cos \alpha}$$



3.2 Rückstreuelektronen (RE)

Energieverteilung:

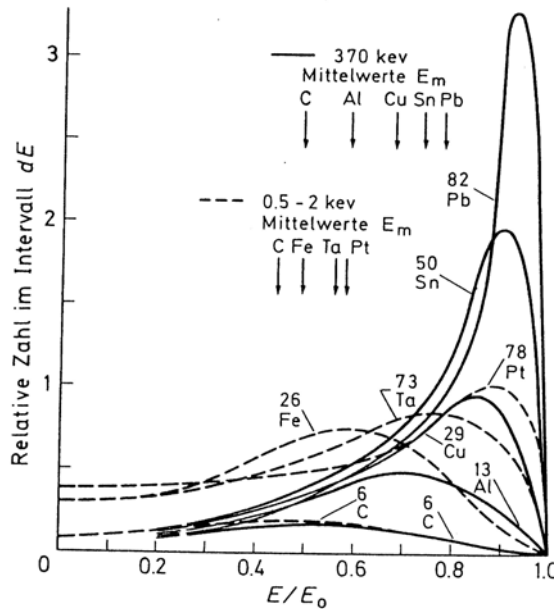


Abbildung 15: Energiespektren der Rückstreuelektronen für verschiedene Probenmaterialien

© L.Reimer, G. Pfefferkorn: Rasterelektronenmikroskopie, 2.Aufl. 1977, Fig. 2.20, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

Richtungsverteilung:

Die Richtungsverteilung der RE folgt für senkrechten Einfall der PE dem Lambert'schen Gesetz:

$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \xi \quad (\xi \text{ ist der Emissionswinkel relativ zur Oberflächennormalen})$$

Für nicht senkrechten Einfall der PE ist die RE-Emission in der entgegen gesetzten Richtung der PE-Einfallrichtung ausgeprägt (Spiegelung).

Abhängigkeit von der PE-Energie E_{PE} :

η steigt mit zunehmender Energie der PE an, bleibt jedoch ab $E_{PE} > 10$ keV annähernd konstant (s. Abb. 16).

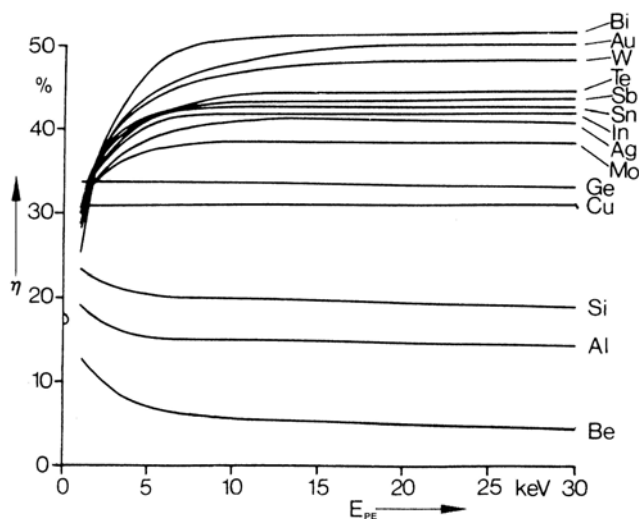


Abbildung 16: η in Abhängigkeit der PE-Energie E_{PE}

© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 4.9, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

Materialabhängigkeit:

Ab einer Energie der PE größer als ≈10 keV steigt η mit steigender Ordnungszahl Z des Probenmaterials deutlich an (s. Abb. 17).

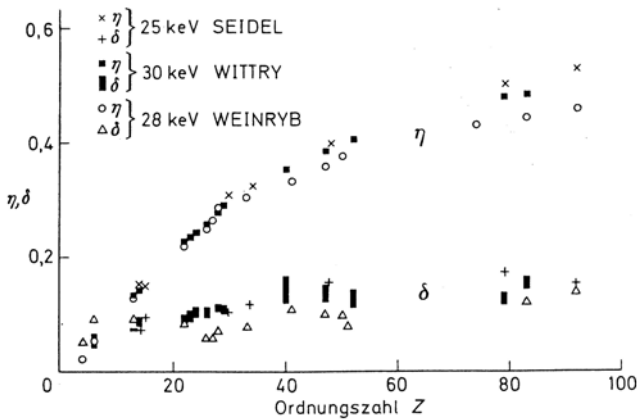


Abbildung 17: η in Abhängigkeit der Ordnungszahl Z

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 4.8, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

Abhängigkeit vom Einfallswinkel der PE:

η steigt mit zunehmendem Einfallswinkel der PE gegen die Oberflächennormale an.

Anteil der Rückstreuelektronen an der Sekundärelektronenausbeute:

Aufgrund ihrer geringen Energie beträgt die Austrittstiefe t_{SE} der SE nur wenige Ångstrom (z.B. $t_{SE}(Si)=0.9\text{ nm}$, $t_{SE}(Au)=1.8\text{ nm}$). Die SE, die direkt durch PE ausgelöst werden (SE_1) stammen aus dem Gebiet der PE-Sonde und tragen zur hohen Auflösung im SE-Modus bei. Jedoch lösen auch RE auf ihrem Weg durch die Oberflächenschicht der Dicke t_{SE} Sekundärelektronen (SE_2) aus.

Die Sekundärelektronenausbeute setzt sich zusammen aus der Zahl der SE, die pro einfallendem PE ausgelöst werden (δ_{PE}) und der Zahl der SE, die im Mittel pro RE ausgelöst werden (δ_{RE}):

$$\delta = \delta_{PE} + \eta\delta_{RE} = \delta_{PE}(1 + \eta\beta). \text{ Das Verhältnis } \beta = \frac{\delta_{RE}}{\delta_{PE}} \text{ gibt an, wie viel mal mehr SE pro RE als pro PE ausgelöst werden.}$$

Im Allgemeinen ist $\beta > 1$ (z.B. für Si bei senkrechtem Einfall der PE mit $E_{PE} = 4\text{ keV}$: $\beta \approx 5$, $\delta = 0.15$, $\delta_{PE} = 0.08$, $\eta = 0.19$, $\delta_{RE} = 0.37$).

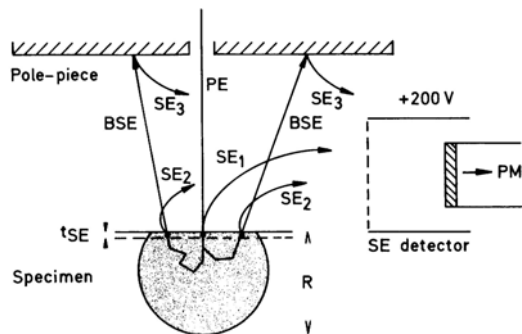


Abbildung 18: Beiträge SE_1 , SE_2 , SE_3 zum SE-Signal

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 4.27, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

Daneben tragen diejenigen SE, die durch RE an den Wänden ausgelöst werden zur Sekundärelektronenausbeute bei (SE_3).

An der Grenze des Auflösungsvermögens tragen hauptsächlich die SE_1 zum Bildkontrast bei. Die anderen SE-Anteile tragen wegen ihres großen Austrittsbereiches nur zum Untergrund bei. Das Verhältnis der SE_1 zu den anderen Anteilen ist umso günstiger, je kleiner η ist. Mit zunehmender Energie der PE sinkt die SE_1 - und SE_3 -Ausbeute. Da η ansteigt oder konstant bleibt, wird das Verhältnis der SE_1 zu den SE_2 ungünstiger.

Gesamtelektronenausbeute σ :

Die Gesamtelektronenausbeute σ ergibt sich zu $\sigma = \delta + \eta$. Abbildung 19 zeigt die Gesamtelektronenausbeute in Abhängigkeit der PE-Energie. Bei den Energiewerten E_{c1} und E_{c2} ist $\sigma = 1$, es verlassen daher genauso viele Elektronen die Probe wie PE der Energie E_{c1} oder E_{c2} auf die Probe treffen. Bei diesen PE-Energien ergeben sich bei einer isolierenden Probe somit keine elektrischen Aufladungen.

Treffen PE mit einer Energie $E_{PE} < E_{c2}$ auf die isolierende Probe, so ist $\sigma > 1$. Es verlassen mehr SE und RE die Probe als PE eintreffen. Die Probe lädt sich daher positiv auf, so dass die PE die Oberfläche mit mehr Energie erreichen und σ sinkt. Die Oberfläche lädt sich solange positiv auf bis $\sigma = 1$ erreicht wird. Die Oberfläche kann sich aber nur höchstens auf das Kollektorpotential des Everhart-Thornley-Detektors aufladen, da sonst die SE wieder zur Oberfläche zurückkehren.

Bei PE-Energien $E_{PE} > E_{c2}$ (was in der meisten kommerziellen REMs der Fall ist) ist $\sigma < 1$ und die Oberfläche lädt sich negativ auf. Die eintreffenden PE werden also abgebremst und erreichen die Oberfläche mit geringerer Energie, wodurch sich σ erhöht. Ein idealer Isolator ($R \rightarrow \infty$) lädt sich auf ein Potential von $U - E_{c2}/e$ auf, so dass $\sigma = 1$ erreicht wird (U ist die Beschleunigungsspannung der PE). Bei einem Isolator mit endlichem Widerstand kann die Energie eU_S der PE im Gleichgewichtszustand als Schnittpunkt des Graphen $\sigma(E_{PE})$ mit einer Geraden durch den Punkt $(eU, 1)$ mit Steigung $1/(e I_p R)$ konstruiert werden (s. Abb.19).

Bei hohen Energien der PE können beachtliche Aufladungen entstehen, die fast das Potential der Elektronenquelle erreichen können. Sporadische Oberflächenentladungen und Durchbrüche durch den Isolator bewirken eine zeitlich instabile Ladungsverteilung und somit ein instabiles Bild. Nichtleitende Objekte müssen daher mit einer elektrisch leitenden Metallschicht bedampft werden.

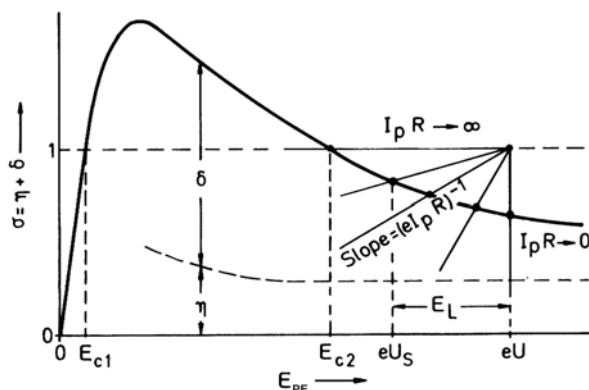


Abbildung 19: Gesamtelektronenausbeute σ in Abhängigkeit der PE-Energie E_{PE}

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 3.31, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

3.3 Abbildung von Oberflächen - Kontrastarten

3.3.1 Oberflächentopografie:

Die Abbildung mit dem REM liefert einen räumlichen Eindruck der Oberflächentopografie. Hierzu tragen verschiedene Faktoren bei:

- Flächenneigungskontrast
- Abschattungskontrast
- Kanteneffekt
- Rauigkeitskontrast
- hohe Schärfentiefe

Flächenneigungskontrast:

Je kleiner der Winkel zwischen der Objektoberfläche und dem PE-Strahl ist, umso größer ist die Wechselwirkungstrecke der PE in der oberflächennahen Schicht, aus der SE ausgelöst werden und umso größer ist auch die Schnittfläche zwischen Objektoberfläche und Streubirne (Austrittsfläche). Folglich werden umso mehr SE und RE emittiert, d.h. Flächen erscheinen umso heller, je flacher der PE-Strahl auf die Probe fällt.

Abschattungskontrast:

Bei einem seitlich vom Objekt angeordneten Detektor können Abschattungen beobachtet werden. Vom Detektor abgewandte Objektbereiche erscheinen dunkler als dem Detektor zugewandte Bereiche. Elektronen aus dem Detektor zugewandten Objektbereichen werden vom Kollektor leichter erfasst, Elektronen aus abgewandten Bereichen werden hingegen teilweise wieder absorbiert (s. Abb. 20). Der Schatteneffekt tritt besonders deutlich bei RE-Bildern auf.

Kanteneffekt:

Herausspringende Kanten zwischen zwei geneigten Flächen erscheinen besonders hell (d.h. heller als die benachbarten Flächen), da aus beiden Flanken vermehrt SE und RE austreten. Einspringende Kanten erscheinen entsprechend dunkel (s. Abb. 21).

Rauhigkeitskontrast:

Aufgrund des Kanteneffektes erscheint eine mikrorauhe Oberfläche heller gegenüber einer glatten Fläche gleichen Materials.

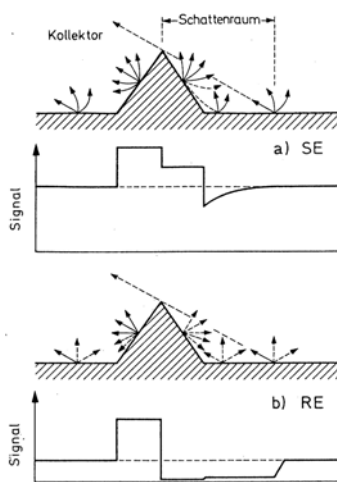


Abbildung 20: Abschattungskontrast

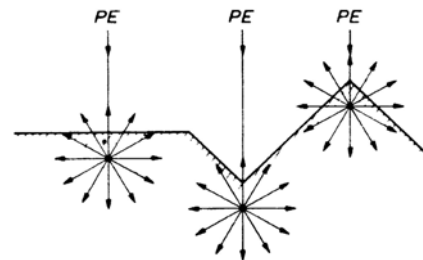


Abbildung 21: Kanteneffekt

3.3.2 Materialeigenschaften:

Neben den Topografiekontrastarten sind auch Kontraste, die auf Materialeigenschaften beruhen zu berücksichtigen:

- Materialkontrast
- Kristallorientierungskontrast
- Potentialkontrast
- Magnetfeldkontrast

Kontraste aufgrund von unterschiedlichen Materialeigenschaften sind besonders gut auf topografisch glatten Oberflächen zu beobachten, weil sie dort nicht von Topografiekontrastarten vermischt werden.

Materialkontrast:

Materialien mit unterschiedlicher Ordnungszahl erscheinen im REM unterschiedlich hell, da der Rückstreuoeffizient η von der Ordnungszahl Z der Objektatome abhängt (die Abhängigkeit der Sekundärelektronenausbeute δ von Z ist geringer ausgeprägt). Oberflächenbereiche mit größerem Z erscheinen heller gegenüber Bereichen mit kleinerem Z .

Kristallorientierungskontrast:

Die Emission von RE ist abhängig von der Neigung einer Netzebenenchar zum einfallenden PE-Strahl. Unterschiedlich geneigte Kristallite auf einer glatten (polierten) Oberfläche erscheinen verschieden hell.

Potentialkontrast (im SE-Bild):

Unterschiedliche elektrische Potentiale auf der Probenoberfläche bewirken unterschiedliche Feldverteilungen zwischen Probe und Kollektor des Everhart-Thornley-Detektors. Aus negativ geladenen Bereichen emittierte SE werden vom Kollektor leichter erfasst als Elektronen aus positiv geladenen Gebieten. Negative geladene Probenbereiche erscheinen folglich heller als positiv geladene Bereiche.

Magnetfeldkontrast:

Äußere und innere Magnetfelder beeinflussen die SE- und RE-Bahnen und somit deren Nachweis durch den Kollektor.

4. Materialanalyse im REM / EDX-Analyse

Die bei der Wechselwirkung der PE mit den Probenatomen erzeugte charakteristische Röntgenstrahlung ist elementspezifisch und kann daher zur Elementanalyse einer Probe herangezogen werden (Elektronenstrahl-Mikroanalyse). Die Energie der emittierten Röntgenquanten entspricht der Differenz der bei der Emission beteiligten Energieniveaus, die für Atome eines Elements charakteristisch ist.

Die Wahrscheinlichkeit, mit der ein kernschalenionisiertes Atom Röntgenstrahlung aussendet, wird als Fluoreszenzausbeute ω_{ij} bezeichnet. Diese variiert mit der Ordnungszahl.

Die Röntgenbremsstrahlung bildet einen kontinuierlichen Untergrund zum charakteristischen Spektrum. Das Verhältnis von charakteristischer Röntgenstrahlung zu Bremsstrahlung nimmt mit steigender Ordnungszahl ab, so dass das Signal-Untergrund-Verhältnis, das die Empfindlichkeit der Analyse bestimmt, zu schwereren Elementen hin ungünstiger wird.

4.1. Detektion

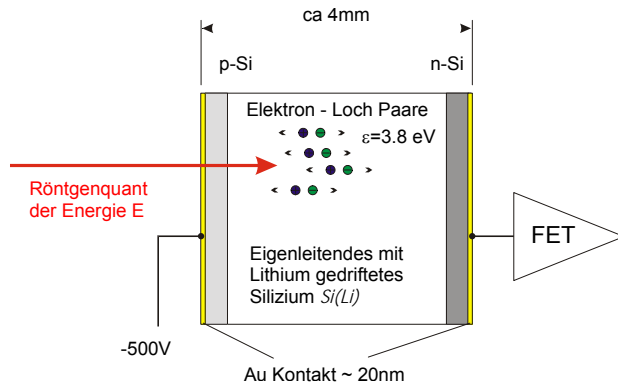
Im Praktikum wird ein energiedispersiver Halbleiterdetektor (lithiumgedrifteter Siliziumdetektor, abgekürzt Si(Li)), als analytischer Zusatz im REM zur Detektion der Röntgenstrahlung eingesetzt (*energy-dispersive X-ray analysis, EDX*). Im Prinzip handelt es sich hier um eine in Sperrrichtung betriebene Si-Diode.

Röntgenstrahlung wird in der intrinsischen Zone absorbiert und erzeugt (innere) Photoelektronen, welche ihrerseits durch den Kristall diffundieren und ihre Energie unter Erzeugung von Elektron-Loch Paaren abgeben; die mittlere Energie zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares in Si beträgt 3.8 eV. Im angelegten elektrischen Feld wird die erzeugte Ladung getrennt und mit einem FET erfasst. Da die Anzahl der erzeugten Elektron-Loch-Paare zur Energie des Röntgenquants proportional ist, kann aus der Amplitude des Strom-Peaks die Röntgenenergie bestimmt werden.

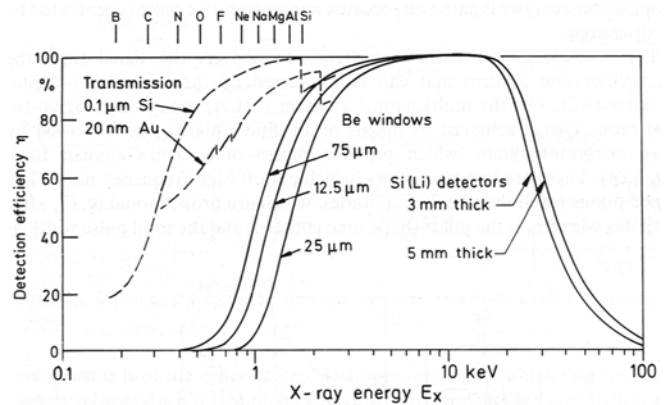
Um eine möglichst breite, isolierende Verarmungszone für maximale Absorption von Röntgenquanten zu erreichen, wird in p-Si Lithium (Li) eindiffundiert, das eine Kompensation der überschüssigen Löcher in Si bewirkt. Als Resultat erhält man eine p-i-n-Diode (p-Si/insulator/n-Si) mit einer 3-5mm breiten intrinsischen Si-Zone.

Im Betrieb werden Si(Li)-Detektoren mit flüssigem Stickstoff gekühlt, um die Diffusion der sehr mobilen Lithiumionen zu unterbinden und das elektronische Rauschen zu minimieren. Um den gekühlten Detektor beim Belüften der REM-Probenkammer vor Kontaminationen (Ausfrieren von Wasser und ausfrierbaren Gasen der Luft) zu schützen, befindet sich ein dünnes Fenster vor dem Detektor. Dieses war früher aus einer etwa 10 μm dünnen Beryllium-Schicht gefertigt. Heute werden ultradünne Fenster für bestmögliche Transmission aus Polymerfolien verwendet.

Um detektiert zu werden, muß Röntgenstrahlung innerhalb des Detektorkristalls absorbiert werden. Bei Röntgenenergien >30 keV wird das Ansprechverhalten, d.h. der prozentuale Anteil detektierter Röntgenquanten bei gegebener Energie, durch Transmission durch den Kristall begrenzt. Zu niedrigen Energien hin wirkt sich die Absorption von Röntgenstrahlung durch das Eintrittsfenster des EDX-Detektors nachteilig aus.



Si(Li)-Detektor



Ansprechverhalten des Si(Li)-Detektors

(© L.Reimer: Scanning Electron Microscopy, 2nd ed. 1998, Fig. 10.18, mit freundlicher Genehmigung von Springer Science and Business Media)

4.2. Quantitative Analyse

Das Ziel der quantitativen Elektronenstrahl-Mikroanalyse ist die Ermittlung der Konzentrationen aller Elemente einer zunächst unbekannt Probe aus den spektralen Intensitäten der Röntgenemissionslinien.

In erster Näherung ist die Intensität einer Röntgenlinie eines Elements proportional zu seiner Konzentration c in der Probe.

Hiernach wäre für die Bestimmung der Konzentration c_a eines Elements in einer Probe die Zahl n_a der γ -Quanten einer charakteristischen Linie sowie die Zahl n_s der unter gleichen Anregungsbedingungen gemessenen γ -Quanten der gleichen Linie eines Standards mit bekannter Element-Konzentration c_s ausreichend:

$$k := n_a/n_s \approx c_a/c_s \rightarrow c_a \approx k \cdot c_s \quad (4.1)$$

Jedoch ist in der Praxis bei Proben mit mehreren Elementen die Intensität einer Röntgenemissionslinie meist nicht exakt proportional zur Konzentration des sie erzeugenden Elements. Für diese Nichtlinearität sind folgende Probeneinflüsse verantwortlich:

- Rückstreuung und Energieabnahme der Elektronen entlang ihrer Bahnen, ist ordnungszahlabhängig \rightarrow Z-Korrektur
- Die emittierten Röntgenquanten werden auf dem Weg zur Probenoberfläche absorbiert \rightarrow Absorptionskorrektur
- Anregung von charakteristischer und kontinuierlicher Fluoreszenzstrahlung in der Probe \rightarrow Fluoreszenzkorrektur

Diese Effekte werden bei der quantitativen Analyse durch Korrekturfaktoren k_Z , k_A , k_F (ZAF-Korrektur) berücksichtigt, d.h. aus Glg. 4.1 wird:

$$c_a = k \cdot c_s \cdot k_Z \cdot k_A \cdot k_F$$

Zur Bestimmung der Korrekturfaktoren wird auf der Basis eines physikalischen Modells der zu einer Probenzusammensetzung gehörige Satz an Intensitäten theoretisch ermittelt. Da in die Berechnung der Korrekturfaktoren die zunächst unbekannt Konzentrationen der Elemente der Probe eingehen, wird die ZAF-Korrektur iterativ durchgeführt. Ziel ist es, den Satz Konzentrationen zu finden, welcher die beobachteten Intensitäten der charakteristischen Röntgenlinien der beteiligten Elemente am Besten erklärt. Im ersten Schritt werden nach (4.1) Schätzwerte für die Konzentrationen angenommen. Der aus diesen Konzentrationen berechnete Satz an theoretischen Intensitäten wird in der Regel nicht den beobachteten Intensitäten entsprechen. Daher wird ein neuer Satz Konzentrationen angenommen, der durch Vergleich mit den gemessenen Intensitäten z.B. nach

$$c_i^{(n+1)} = \frac{I_i^{\text{gemessen}}}{I_i^{\text{berechnet}}} \cdot c_i^{(n)} \quad (4.7)$$

ermittelt wird. Dies wird solange wiederholt, bis alle theoretischen und gemessenen Intensitäten innerhalb eines Konvergenzkriteriums übereinstimmen.

Ordnungszahlkorrektur (Z)

Die Berechnung der Anzahl primär in der Streubirne erzeugter Röntgenquanten ist Inhalt der sogenannten Ordnungszahl- (Z-) Korrektur. Sie berücksichtigt, dass in Proben unterschiedlicher Zusammensetzung im Mittel pro Elektron eine unterschiedliche Anzahl an Röntgenquanten einer Linie erzeugt wird. Die Anzahl an Ionisationsereignissen N_{ij} auf dem Weg eines Elektrons durch die Probe wird durch seinen Wechselwirkungsquerschnitt $\sigma_{ij}(E)$ entlang des Weges gegeben:

$$N_{ij} \propto \int_0^{s_{\max}} \sigma_{ij}(E) ds .$$

Der Ionisationsquerschnitt einer Schale ist im Verhältnis zum gesamten Wechselwirkungsquerschnitt für Elektronen vergleichsweise gering, so dass je nach Probenzusammensetzung statistisch gesehen pro Elektron nicht mehr als 10^{-5} - 10^{-4} Röntgenquanten freigesetzt werden. Leichte Elemente werden durch Elektronen wesentlich häufiger ionisiert, allerdings ist die Fluoreszenzausbeute hier recht gering.

Die Berechnung erfolgt für die Ionisation jedes Niveaus j (K-Schale, L-Schale etc.), das zu einer beobachteten Emissionlinie führt, eines jeden Elementes i der Probe. Der Weg eines Elektrons endet bei der Weglänge s_{\max} entweder, wenn das Elektron seine kinetische Energie verloren hat oder als Rückstreuelektron aus der Probe entweicht. Rückstreuelektronen sind in der Regel noch energiereich genug, um Ionisationen in der Probe zu bewirken. Daher muß die Energie, die durch Rückstreuung zur Erzeugung von charakteristischer Röntgenstrahlung verlorengeht, durch einen Rückstreukorrekturfaktor R , in den der Rückstreckoeffizient η der Probe eingeht, berücksichtigt werden.

Die Anzahl der aus den Ionisationsereignissen tatsächlich hervorgehenden, in der Probe primär durch den Elektronenstrahl erzeugten Röntgenquanten n_{ij} wird durch die Fluoreszenzausbeute ω_{ij} der jeweiligen Linie eines Elements beschrieben:

$$n_{ij} = \omega_{ij} N_{ij} \propto R \omega_{ij} \int_0^{s_{\max}} \sigma_{ij}(E) ds = R \omega_{ij} \int_0^{E_0} \left(\frac{dE}{ds} \right) dE$$

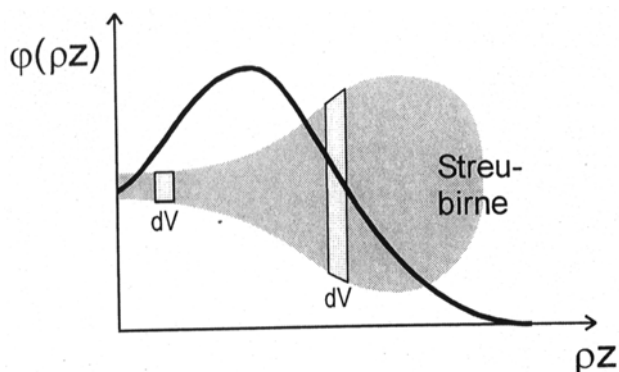
Da der Weg eines Elektrons und seine laufstreckenabhängige Energie keine zugänglichen Größen sind, wurde in der letzten Gleichung die Integration mit Hilfe des Energieverlustes pro Streckensegment dE/ds in eine Integration über die Energie übersetzt.

dE/ds und damit auch die Form der Streubirne werden wesentlich durch die mittlere Ordnungszahl der Probe bestimmt. Daher wird dieser Berechnungsschritt als Ordnungszahlkorrektur bezeichnet.

Eine alternative Form der Ordnungszahlkorrektur erhält man, wenn die Tiefenverteilung der Anzahl von Ionisationsereignissen zugrunde gelegt wird. Die Tiefenverteilungsfunktion wird üblicherweise als Funktion der Massendicke ρz der Probe angegeben und als $\Phi(\rho z)$ bezeichnet. Die Anzahl erzeugter Röntgenquanten ergibt sich in diesem Modell gemäß

$$n_{ij} = \omega_{ij} N_{ij} \propto \omega_{ij} \int_0^{\infty} \phi_{ij}(\rho z) d(\rho z) \quad (4.2)$$

Eine Rückstreukorrektur ist hier nicht notwendig, da die Tiefenverteilungsfunktion bereits ein Resultat der Wirkung aller Elektronen darstellt. Tiefenverteilungsfunktionen sind experimentell zugänglich oder können zuverlässig durch Monte-Carlo-Simulationen erzeugt werden. Verfahren, die auf Gl. (4.2) zurückgreifen, bezeichnet man als „ $\Phi(\rho z)$ -Verfahren“.



Tiefenverteilungsfunktion und Streubirne

Absorptionskorrektur (A)

Die Absorptionskorrektur berücksichtigt, dass die in der Probe erzeugte Strahlung zum Teil in der Probe wieder absorbiert wird und nicht vollständig zum Detektor gelangt. Die Schwächung von Röntgenstrahlung in Materie unterliegt dem LAMBERT-BEERSchen Gesetz und wird durch den Massenschwächungskoeffizienten μ beschrieben. Unter Verwendung der Tiefenverteilungsfunktion lässt sich die Anzahl nach aussen dringender Röntgenquanten berechnen:

$$n_{ij}^{\text{emittiert}} \propto \omega_{ij} \int_0^{\infty} \phi_{ij}(\rho z) e^{-\frac{\mu_{ij} \rho z}{\sin \alpha}} d(\rho z)$$

Hierin beschreibt α den Abnahmewinkel der Strahlung, d.h. den Winkel, den die Probenoberfläche mit der Verbindungslinie zwischen dem Auftreffpunkt des Strahls auf der Probe und dem Mittelpunkt des Detektors einschließt. In diesem Bild ist die emittierte Intensität lediglich die LAPLACE-Transformation der Röntgentiefenverteilungsfunktion.

Die Röntgenabsorption der Probe für eine bestimmte Energie, z.B. bei der Energie E_{ij} der Linie j von Element i , setzt sich additiv aus den Einzelbeiträgen aller n Elemente der Probe zusammen :

$$\mu_{ij} = \sum_{k=1}^n c_k \mu_k(E_{ij})$$

Fluoreszenzkorrektur (F)

Die Intensitäten von Röntgenlinien können sich zusätzlich durch Fluoreszenzeffekte verschieben. Diese treten auf, wenn charakteristische Röntgenstrahlung auf ihrem Weg durch die Probe absorbiert wird und ihrerseits Emission charakteristischer Röntgenstrahlung geringerer Energie anregt. Dadurch wird die energiereichere Linie zusätzlich zur Absorption geschwächt, die energieärmere gewinnt hierdurch an Intensität. Das Ausmaß dieses Effektes hängt von der Probenzusammensetzung ab und kann Veränderungen um einige Prozent der Linienintensität bewirken. In die Berechnung des Fluoreszenzeffektes gehen hauptsächlich die Absorptionskoeffizienten μ der beteiligten Elemente bei den Energien der wechselwirkenden Linien sowie die Energien der Absorptionskanten ein.

Praktikum:

- Diskussion des erarbeiteten Stoffs
- Einführung in die Bedienung des Geräts
- Untersuchung einiger o.g. Phänomene am Beispiel verschiedener Proben.
- Qualitative Analyse einer 1€-Münze und Quantifizierung des EDX-Spektrums durch computergestützte ZAF-Korrektur.
Bestimmung der Energieauflösung eines EDX-Detektors

Protokoll:

Folgende Punkte werden im Protokoll erwartet:

- Aufbau und Funktionsweise des REM
- Everhart-Thornley-Detektor
- Wechselwirkung der PE mit der Probe
- Sekundärelektronen (SE-Ausbeute δ , Abhängigkeiten)
- Rückstreuelektronen (RE-Koeffizient η , Abhängigkeiten)
- Kontrastarten (auch Potentialkontrast)
- Auflösungsvermögen
- Schärfentiefe
- EDX-Analyse, ZAF-Korrektur
- Beschreibung der im Versuch untersuchten Proben und beobachteten Effekte

Literatur:

1. L. Reimer *Scanning Electron Microscopy* (nat M 7501)
2. L. Reimer, G. Pfefferkorn *Rasterelektronenmikroskopie*
3. D. Cheshire, P. Goodhew *The Operation of Transmission and Scanning Electron Microscopy*
4. J.I. Goldstein, D.E. Newbury, P. Echlin, D.C. Joy, A.D. Romig, C.E. Lyman, C. Fiori, E. Lifshin, *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Plenum Press, **1992**. (nat M 7502)