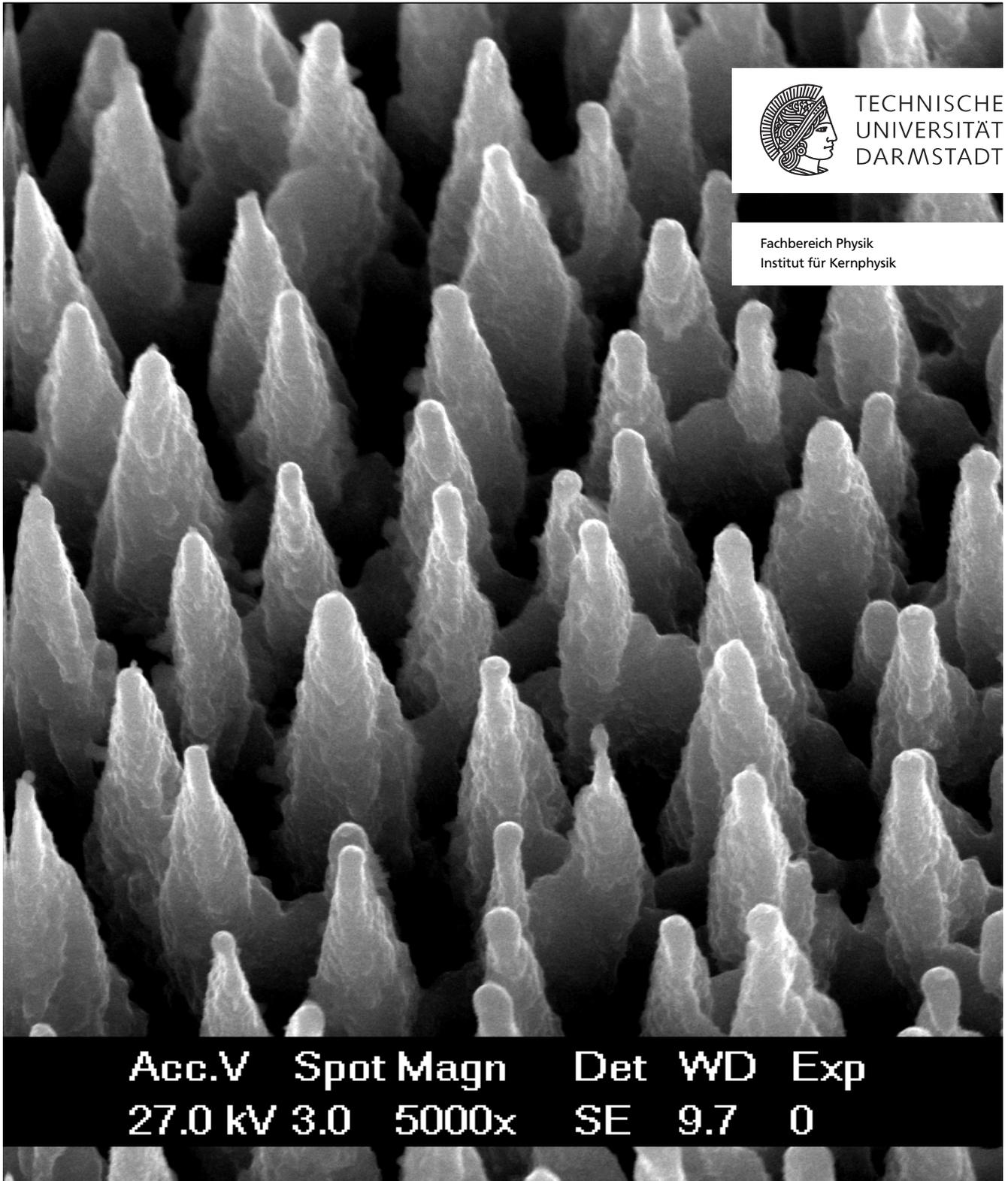


# 2.12 Rasterelektronenmikroskop

Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene (Abteilung C)



---

---

## Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>2</b>
1.1	Ziel des Versuchs . . . . .	2
1.2	Themen zur Vorbereitung . . . . .	2
1.3	Literatur . . . . .	2
<b>2</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	Aufbau und Funktionsweise eines REM . . . . .	3
2.2	Signale zur Auswertung . . . . .	5
2.2.1	Sekundär-Elektronen (SE) . . . . .	5
2.2.2	Rückstreu-Elektronen (BSE) . . . . .	7
2.2.3	Charakteristische Röntgenstrahlung (EDX) . . . . .	7
2.3	Linse- und Abbildungsfehler . . . . .	7
2.3.1	Sphärische Aberration . . . . .	7
2.3.2	Chromatische Aberration . . . . .	7
2.3.3	Astigmatismus . . . . .	8
2.3.4	Beugungsfehler . . . . .	8
<b>3</b>	<b>Zur Durchführung</b>	<b>9</b>
<b>4</b>	<b>Zur Ausarbeitung</b>	<b>11</b>
<b>5</b>	<b>Leitz-Konsole Übersicht</b>	<b>13</b>

---

## 1 Einleitung

---

### 1.1 Ziel des Versuchs

---

Bei diesem Versuch soll die Funktionsweise des Rasterelektronenmikroskops (REM, engl. scanning electron microscope, SEM) kennengelernt werden, wobei die Auflösungsgrenzen und Merkmale des Geräts bestimmt und gedeutet werden müssen. Außerdem soll durch Auswertung des charakteristischen Röntgenspektrums die Materialzusammensetzung einer unbekannt Probe bestimmt werden.

---

### 1.2 Themen zur Vorbereitung

---

Folgende Themen sind für die Vorbereitung auf den Versuch zu recherchieren:

- Komponenten eines REM:
  - Elektronenquellen,
  - Magnetische Linsen,
  - Detektorarten (Everhart-Thornley Detektor, BSE Detektor).
- Funktionsweise eines REM:
  - Beschleunigungsspannung,
  - Elektronenstrahl,
  - Rastervorgang,
  - Wechselwirkung von Elektronen mit Materie,
  - Interaktionsvolumen (Entstehung von SE1, SE2, SE3, BSE und Röntgenstrahlung).
- Voraussetzungen für Rasterelektronenmikroskopie:
  - Vakuum,
  - Leitfähigkeit der Probe.
- Entstehung und Deutung eines charakteristischen Röntgenspektrums.

Das Grundlagenwissen in Kapitel 2 ist nicht ausreichend für die Vorbereitung. Weitere Informationen können in der untenstehenden Literatur bzw. der Literaturliste zu diesem Versuch gefunden werden.

---

### 1.3 Literatur

---

- Egerton, Ray F. (2005). *Physical Principles of Electron Microscopy. An Introduction to TEM, SEM, and AEM*. Springer US.
- Hawkes, Peter W. / Spence, John C. H. (2007). *Science of Microscopy. Volume I*. Springer US.
- Goldstein, Joseph I. / Newbury, Dale E. / Michael, Joseph R. et al. (2018). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Fourth Edition*. Springer US.
- Thompson et al., X-ray Data Booklet, LBNL, 2009.
- X-Ray Transition Energies Database,  
<https://www.nist.gov/pml/x-ray-transition-energies-database>, 01.08.2019.
-

---

## 2 Physikalische Grundlagen

---

In diesem Kapitel wird eine kurze Übersicht der physikalischen Grundlagen eines Rasterelektronenmikroskops gegeben. Eine zusätzliche Recherche in der Literatur ist allerdings zur Vorbereitung dennoch nötig.

---

### 2.1 Aufbau und Funktionsweise eines REM

---

Elektronenmikroskope verwenden im Gegensatz zu Lichtmikroskopen keine elektromagnetischen Wellen im Bereich des sichtbaren Lichts, sondern Elektronen. Dadurch kann das Auflösungsvermögen der Lichtmikroskope deutlich übertroffen werden, da die Effekte der Beugung, die das Auflösungsvermögen maßgeblich begrenzen, von der Wellenlänge  $\lambda$  der verwendeten Strahlung abhängen. Für den maximalen Abstand  $a$ , den zwei noch zu unterscheidende Punkte voneinander haben können, gilt nach dem Rayleigh-Kriterium

$$a = 0,61 \frac{\lambda}{A_N} \quad (1)$$

mit der Numerischen Apertur  $A_N$ . Sichtbares Licht hat Wellenlängen zwischen 380 nm und 780 nm. Um die Wellenlänge eines Elektrons zu berechnen, muss dessen de-Broglie-Wellenlänge

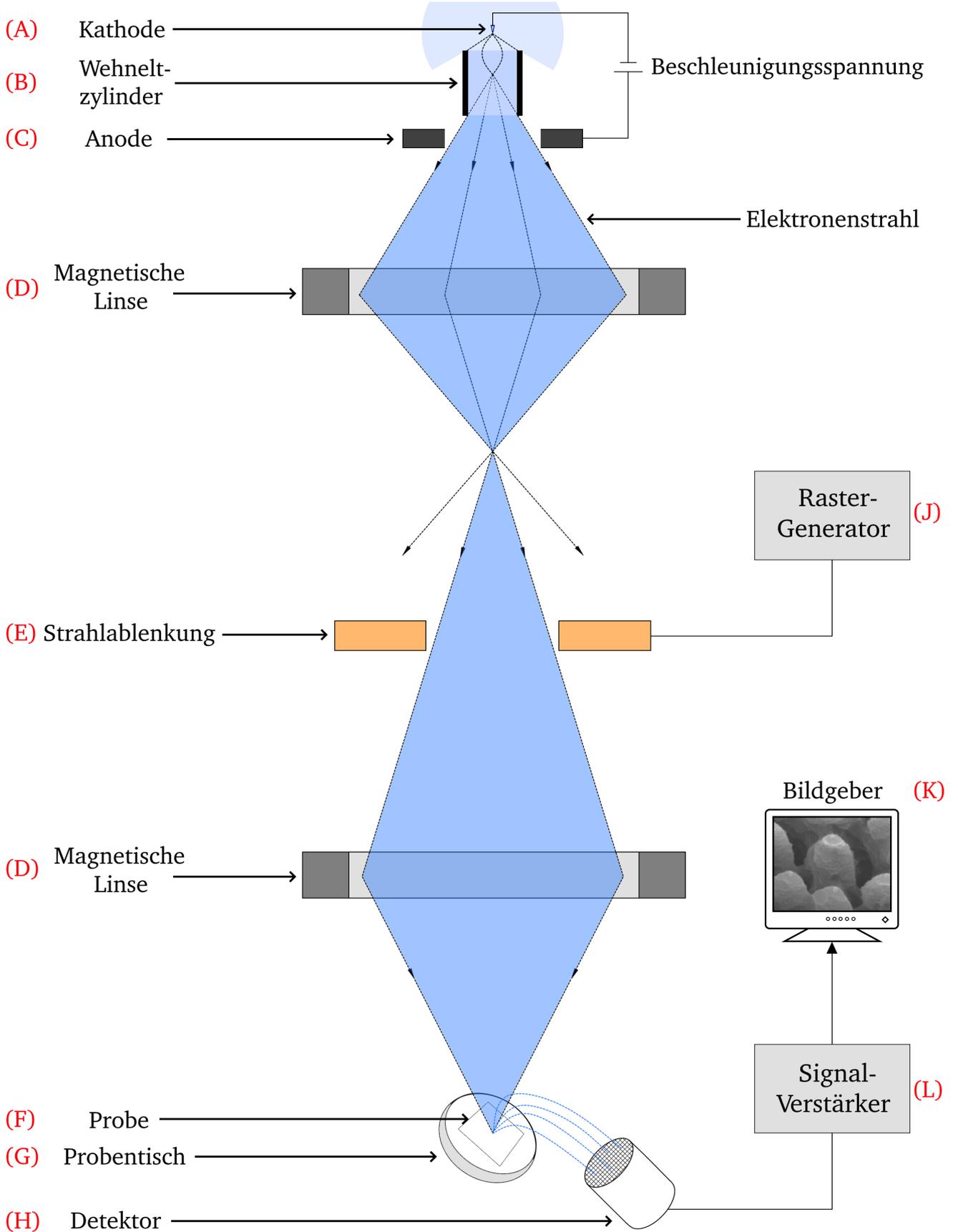
$$\lambda_{dB} = \frac{h}{p_e} = \frac{h}{m_e v_e} \quad (2)$$

berechnet werden (Planck'sches Wirkungsquantum  $h$ , Impuls des Elektrons  $p_e$ , Elektronenmasse  $m_e$ ). Die Wellenlänge eines Elektrons hängt also nur von dessen Geschwindigkeit  $v_e$  ab. In Elektronenmikroskopen werden Elektronen durch hohe Beschleunigungsspannungen von einigen kV beschleunigt. Bei nichtrelativistischer Rechnung ergibt sich dann für die de-Broglie-Wellenlänge der Elektronen mit der Ladung  $e$

$$\lambda_{dB} = \frac{h}{m_e \cdot \sqrt{\frac{2e}{m_e} \cdot U_b}} = \frac{h}{\sqrt{2e \cdot m_e \cdot U_b}}, \quad (3)$$

was bei typischen Beschleunigungsspannungen  $U_b$  von 5 bis 30 kV de-Broglie-Wellenlängen von einigen Pikometern entspricht.

Um den Elektronenstrahl zu erzeugen wird zunächst eine Kathode (A) benötigt (Abb. 1), dazu dient beispielsweise eine Haarnadelkathode (Filament) aus Wolfram. Damit die Elektronen nicht ihre Energie durch Wechselwirkung mit der Luft verlieren, muss in der ganzen Apparatur ein Vakuum aufrechterhalten werden. Um die Elektronen zu fokussieren, müssen sie direkt hinter der Kathode einen negativ geladenen Wehneltzylinder (B) passieren, damit ein Elektronenstrahl entsteht. Die anschließende Beschleunigung wird durch eine Anode (C) mit der anliegenden Beschleunigungsspannung erreicht. Der Elektronenstrahl wird dann durch elektromagnetische Linsen (D) fokussiert und mit einem Rastergenerator (J) durch die Strahlablenkung (E) entlang der Rasterlinien abgelenkt. Auf die Probe (F) treffen



**Abbildung 1:** Prinzipieller Aufbau eines REM. Die möglichen Wege der Elektronen von der Quelle (oben) bis zum Detektor (unten) sind in blau dargestellt.

---

dann die stark fokussierten Elektronen, deren unterschiedliche Signale (siehe Kapitel 2.2) dann mittels eines geeigneten Detektors (H) detektiert werden können. Durch einen Verstärker (L) werden die Signalstärke erhöht, woraufhin sie auf einem Bildschirm (K) dargestellt werden können.

---

## 2.2 Signale zur Auswertung

---

Es gibt eine Vielzahl an Signalen, die zur Analyse der Probe verwendet werden können, von denen hier nur einige vorgestellt werden.

---

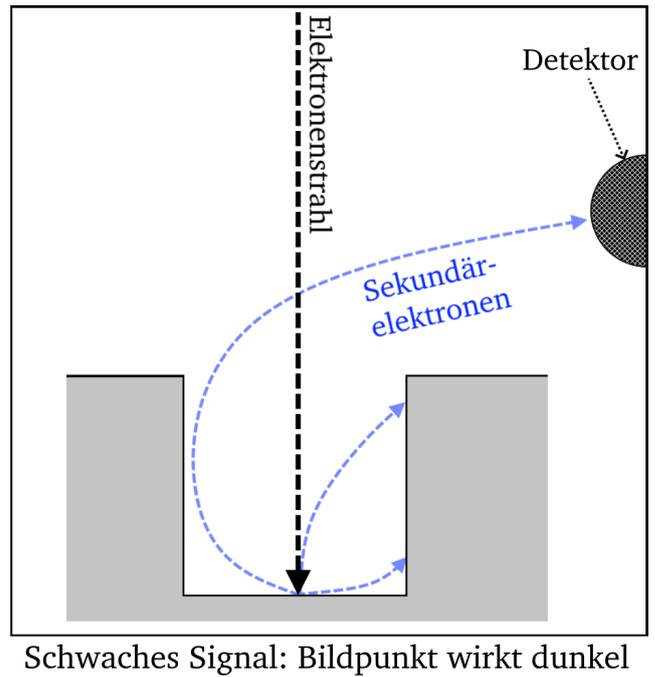
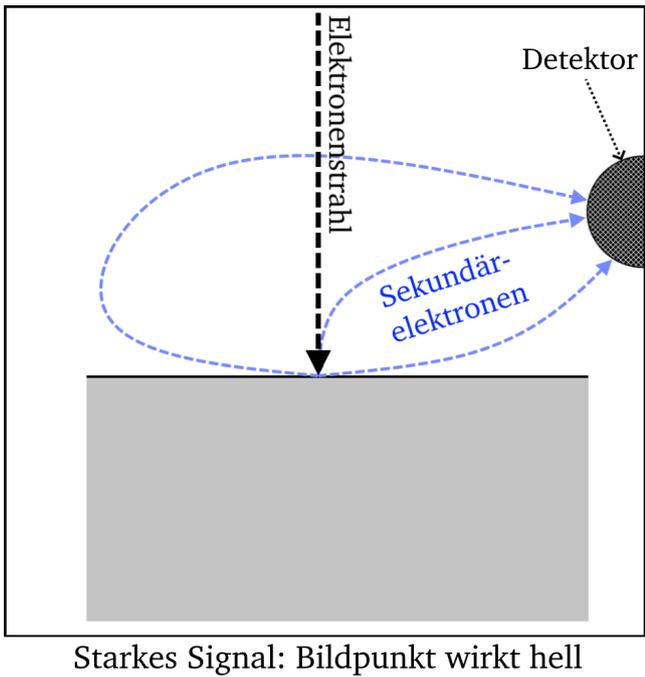
### 2.2.1 Sekundär-Elektronen (SE)

---

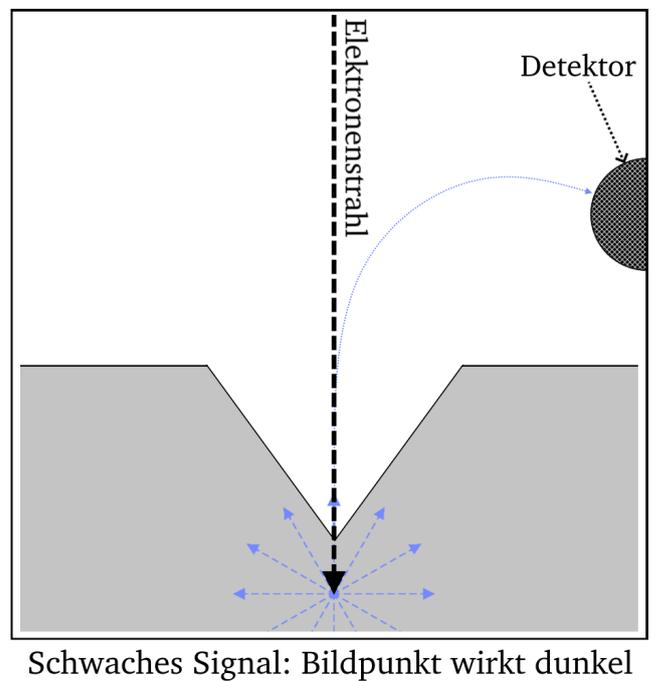
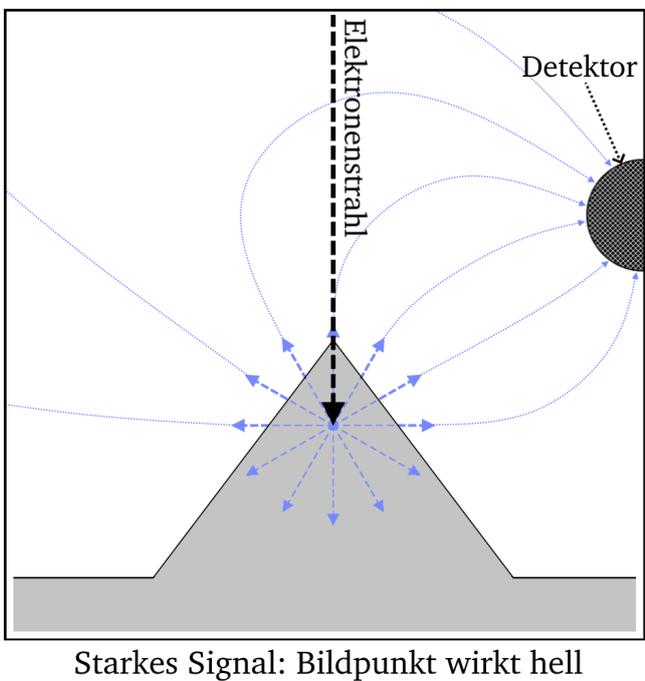
Eine weitere Signalart in einem REM sind die Sekundärelektronen (engl. secondary electrons, SE). Sie entstehen als Folge der Wechselwirkung der Probe mit den Elektronen des Elektronenstrahls. Dabei treffen die Elektronen des Elektronenstrahls auf die gebundenen Elektronen in den Atomen und Molekülen der Probe, wobei es zur Ionisierung kommt. Die so herausgelösten Sekundärelektronen haben typischerweise Energien unterhalb von 50 eV und lassen sich so leicht von anderen Signalen unterscheiden. Sie werden von einer Saugspannung auf einen geeigneten Detektor gezogen, wobei die Anzahl der detektierten Elektronen zur Bilderzeugung genutzt werden kann.

Da die Sekundärelektronen das Material wieder verlassen müssen, um zum Detektor zu gelangen, werden nur SE aus den obersten Schichten detektiert. Diese Austrittstiefe ist abhängig vom Material (Dichte, Gitterstruktur) und beträgt für Metalle etwa 1 bis 2 nm. Eine Abhängigkeit der SE vom Neigungswinkel zum Detektor erzeugt außerdem einen Topographiekontrast und es entsteht der Eindruck eines Schattens (Abb. 2).

An Kanten verkürzt oder verlängert sich der Weg der SE im Material und führt so zu einem Kanteneffekt. Dadurch erscheinen Kanten, die nach außen gerichtet sind besonders hell, wohingegen nach innen gerichtete Kanten besonders dunkel erscheinen (Abb. 3). Dieser Effekt führt auch zum Rauigkeitskontrast, da glatte Oberflächen gegenüber rauen Oberflächen gleichmäßiger erscheinen.



**Abbildung 2:** Topographiekontrast und Schatten bei Sekundärelektronen. Unterschied zwischen glatter Oberfläche und Oberfläche mit Vertiefung.



**Abbildung 3:** Kanteneffekt an nach außen und innen gewölbten Kanten bei Betrachtung der Probe mit Sekundärelektronen.

---

## 2.2.2 Rückstreu-Elektronen (BSE)

---

Rückstreu-Elektronen (engl. back scattered electrons, BSE) sind Elektronen des Elektronenstrahls, die vom Material mit großem Streuwinkel zurückgestreut werden. Die Anzahl der BSE ist proportional zur Kernladungszahl des streuenden Materials und es entsteht ein Bild, das einen entsprechenden Materialkontrast wiedergibt. Wegen der hohen Energien der BSE lassen sie sich nicht durch eine Saugspannung anziehen und werden stattdessen mit Halbleiterdetektoren (Elektron-Loch-Paare) detektiert.

---

## 2.2.3 Charakteristische Röntgenstrahlung (EDX)

---

Aufgrund der hohen Elektronenenergien entsteht bei der Wechselwirkung der Elektronen des Elektronenstrahls mit der Probe Bremsstrahlung, bzw. Röntgenstrahlung. Dabei werden Atome und Moleküle ionisiert. Die freien Plätze der Elektronen werden dann von schwächer gebundenen Elektronen eingenommen, wobei elektromagnetische Strahlung, die der Energiedifferenz entspricht, emittiert wird. Diese Energiedifferenzen sind charakteristisch für jedes Element/Isotop und kann deshalb zur Elementanalyse verwendet werden. Man nennt dieses Verfahren energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX).

Durch eine Vielzahl an Effekten kann die Energie der Übergänge verändert werden. So ist es möglich, dass beispielsweise zwei Röntgenquanten gleichzeitig detektiert werden, wodurch sich die Anzahl der Elektron-Loch-Paare verdoppelt und somit vom Detektor ein Signal mit doppelter Energie gewertet wird, was bei der Elementanalyse beachtet werden muss.

Die Detektion der Röntgenstrahlung kann durch Halbleiterdetektoren verwirklicht werden, wo die Strahlung Elektron-Loch-Paare erzeugt, deren Anzahl proportional zur Energie des Röntgenquants ist.

---

## 2.3 Linsen- und Abbildungsfehler

---

Da zum Bündeln des Elektronenstrahls elektromagnetische Linsen eingesetzt werden, ergeben sich ähnlich der optischen Linsen typische Abbildungsfehler, über die hier eine kurze Übersicht gegeben werden soll.

---

### 2.3.1 Sphärische Aberration

---

Da bei elektromagnetischen Linsen die Brennweiten der achsennahen und achsenfernen Elektronen leicht verschieden sein können, wird der Elektronenstrahl nicht gleichmäßig fokussiert. Somit entsteht ein unscharfes Bild, da auch Signale neben dem eigentlichen Bildpunkt erzeugt und detektiert werden. Wie auch bei optischen Linsen kann die sphärische Aberration durch Blenden reduziert werden, die nur achsennahe Elektronen hindurchlassen.

---

### 2.3.2 Chromatische Aberration

---

Da die Brennweite von elektromagnetischen Linsen auch von der Wellenlänge, also von der Energie der Elektronen abhängt, tritt auch hier eine chromatische Aberration auf. Elektronen höherer Energie werden durch die elektromagnetischen Linsen stärker abgelenkt als Elektronen niedrigerer Energie (Lorentzkraft). Die chromatische Aberration ist allerdings für REMs ein vernachlässigbarer Effekt, da die Breite der Energieverteilung der Elektronen gering ist.

---

---

### 2.3.3 Astigmatismus

---

Elektromagnetische Linsen können aufgrund minimaler baulicher Abweichungen unterschiedliche Brennpunkte für verschiedene parallele Elektronenstrahlen besitzen. Bei Elektronen, die schräg zur optischen Achse einfallen, tritt dieser Astigmatismus ebenfalls auf. Astigmatismus kann durch einen Stigmator reduziert werden.

---

### 2.3.4 Beugungsfehler

---

Beugung führt dazu, dass ein Punkt nur als Beugungsscheibchen abgebildet werden kann, wodurch eine exakte Einstellung des Elektronenstrahls unmöglich ist. Der Beugungsfehler ist im Gegensatz zu den zuvor genannten Linsenfehlern nicht korrigierbar, hat aber auf die Bildqualität einen geringen Einfluss.

---

### 3 Zur Durchführung

---

#### Allgemeine Hinweise:

- Beim Handhaben der Proben müssen immer Handschuhe getragen werden.
- Die Probe und der Probenstisch müssen vor Eingabe in die Probenkammer mit Druckluft gereinigt werden.
- Der Arbeitsabstand zwischen Probe und Elektronenquelle muss korrekt eingestellt werden, um das REM nicht zu beschädigen.

#### Bezüglich Arbeitssicherheit ist zu beachten:

- Hochspannung
- Störstrahler ( $\gamma$ -Strahlung)

---

#### Aufgabe D1

---

##### Leitz-AMR 1200 B

*Bevor mit der Aufgabe begonnen werden kann, muss eine Einweisung durch eine/n Betreuer\_in stattgefunden haben! Außerdem müssen die Allgemeinen Hinweise eingehalten werden.*

Geben Sie die Probe 1 in die Probenkammer. Zunächst muss das Vakuum gepumpt werden, bevor der Elektronenstrahl (15 kV) eingeschaltet werden darf.

Machen Sie sich mit dem Gerät vertraut:

- Verändern Sie den Bildausschnitt (Translation & Rotation).
- Verändern Sie die Rastergeschwindigkeit.
- Verändern Sie Kontrast und Helligkeit.
- Verändern Sie die Vergrößerung.
- Verändern Sie die Fokusebene.

---

#### Aufgabe D2

---

Versuchen Sie nun ein scharfes Bild der Probe bei der größten sinnvollen Vergrößerung zu erhalten. Um das Bild zu verbessern, passen Sie Kontrast und Helligkeit an. Sobald das Bild scharf genug ist, speichern Sie es durch den Leitz-Modus ab. Wiederholen Sie diesen Prozess für die Vergrößerungen 20, (50), 100, 200, 500, 1000, 5000, 10000 und 20000. Achten Sie darauf, dass die Markierungen auf der Probe gut zu erkennen und innerhalb des Bildausschnitts zu sehen sind, da diese bei der Auswertung benötigt werden, um die Vergrößerung zu bestimmen.

---

### Aufgabe D3

---

#### Phenom XL Desktop SEM ([www.phenom-world.com](http://www.phenom-world.com))

*Bevor mit der Aufgabe begonnen werden kann, muss eine Einweisung durch eine/n Betreuer\_in stattgefunden haben! Außerdem müssen die Allgemeinen Hinweise eingehalten werden.*

Geben Sie die Probe 1 in die Probenkammer. Der Arbeitsabstand ist per Einstellrad verstellbar und beträgt 4 Rasterstufen für ein optimales Bild. Überlegen Sie sich, welche Signalart für die jeweiligen Aufgaben am geeignetsten ist. Machen Sie sich nun mit dem Gerät vertraut:

- Verändern Sie den Bildausschnitt.
- Verändern Sie Kontrast und Helligkeit.
- Verändern Sie die Vergrößerung.
- Verändern Sie die Fokusebene.

---

### Aufgabe D4

---

Speichern Sie wie in Aufgabe 2 zu verschiedenen Vergrößerungen ein (ausreichend scharfes) Bild. Orientieren Sie sich dabei an den in Aufgabe 2 verwendeten Vergrößerungen und ergänzen Sie diese um ein Bild bei einer Vergrößerung von 50000. Um später die Bilder speichern zu können, müssen Sie darauf achten, den Dateipfad korrekt anzugeben.

---

### Aufgabe D5

---

Beladen Sie nun die Probenkammer mit dem Rotations- und Kipptisch und der Probe 2. Beachten Sie den vorgegebenen Arbeitsabstand von 6 Rasterstufen für eine optimale EDX. Nutzen Sie die Funktion zur Elementanalyse an verschiedenen Stellen der Probe (mehrere Punkte pro Bereich) und speichern Sie sie ab. Schauen Sie sich bei der Analyse genau an, welche Elemente vom Programm ausgewählt wurden. Nutzen Sie die Funktion des Programms, sich die spezifischen Röntgenlinien der Elemente anzusehen.

---

### Aufgabe D6

---

Erstellen Sie eine Flächenanalyse der Probe 2 an einem Punkt starker topologischer Änderungen. Nutzen Sie das Programm für den Rotations- und Kipptisch um die Probe zu drehen. Erstellen Sie nun weitere Flächenanalysen aus verschiedenen Winkeln um die Probe (0°, 90°, 180°, 270°).

---

## 4 Zur Ausarbeitung

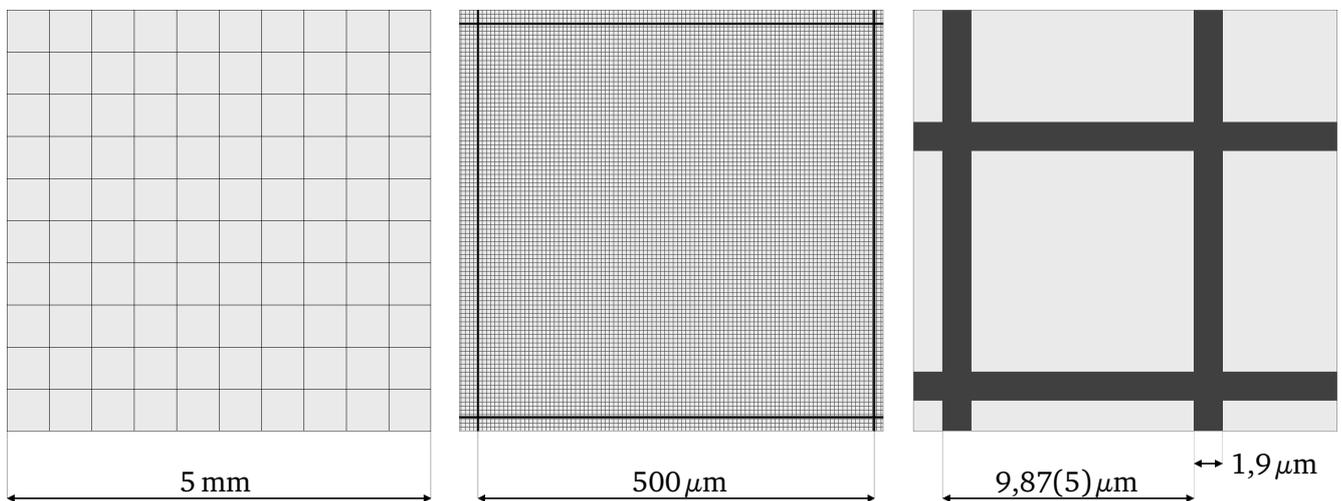
---

### A1 - Verzerrung der Aufnahmen

---

Verwenden Sie ein geeignetes Bildverarbeitungsprogramm (z.B. ImageJ oder Matlab), um die Aufnahmen zu vermessen. Dazu nutzen Sie die bekannten Abmessungen der Probe (Abb. 4). Um einen möglichst genauen Wert zu erhalten, messen Sie an unterschiedlichen Stellen und fassen Sie die Ergebnisse durch arithmetisches Mitteln zusammen (Fehler beachten!). Werten Sie die Messwerte in horizontaler und vertikaler Probenrichtung getrennt aus!

Stellen Sie nun die Verzerrung Ihrer einzelnen Aufnahmen für beide REMs grafisch dar (Quotient aus vertikaler und horizontaler Abmessung gegen die Vergrößerung). Diskutieren Sie die Bedeutung für Ihre weitere Auswertung und mögliche Ursachen der Verzerrung.



**Abbildung 4:** Abmessungen der Probe 1: Gesamtgröße des Chips (links), Dimensionen des groben Rasters (Mitte) und Dimensionen des feinen Rasters (rechts).

---

### A2 - Skalierung der Vergrößerung

---

Erstellen Sie mit den Abmessungen (Abb. 4) eine Skalierung der Vergrößerungen in Nanometer pro Pixel. Werten Sie die Messwerte in horizontaler und vertikaler Probenrichtung getrennt aus.

Die Daten sollen dann grafisch dargestellt werden, sodass sich folgende Darstellungen ergeben:

1. Skalierung in horizontaler Probenrichtung gegen die Vergrößerung
2. Skalierung in vertikaler Probenrichtung gegen die Vergrößerung

Überlegen Sie sich eine sinnvolle Skalierung der Achsen für die Diagramme und diskutieren Sie anhand Ihrer Darstellungen die Vergrößerung der REMs. Beachten Sie außerdem eine mögliche Verzerrung, die Sie zuvor erarbeitet haben.

---

---

### **A3 - Elementanalyse**

---

Analysieren Sie die Intensitätsverteilung der charakteristischen Röntgenstrahlung für zwei Punkte (verschiedene Spektren). Identifizieren Sie die Peaks und ermitteln Sie mit entsprechenden Gauß-Fits mögliche Elemente. Stellen Sie Ihre Ergebnisse den Ergebnissen des Programms gegenüber und erklären Sie gegebenenfalls Abweichungen. Beachten Sie für die Auswertung die Angaben in der \*.csv-Datei.

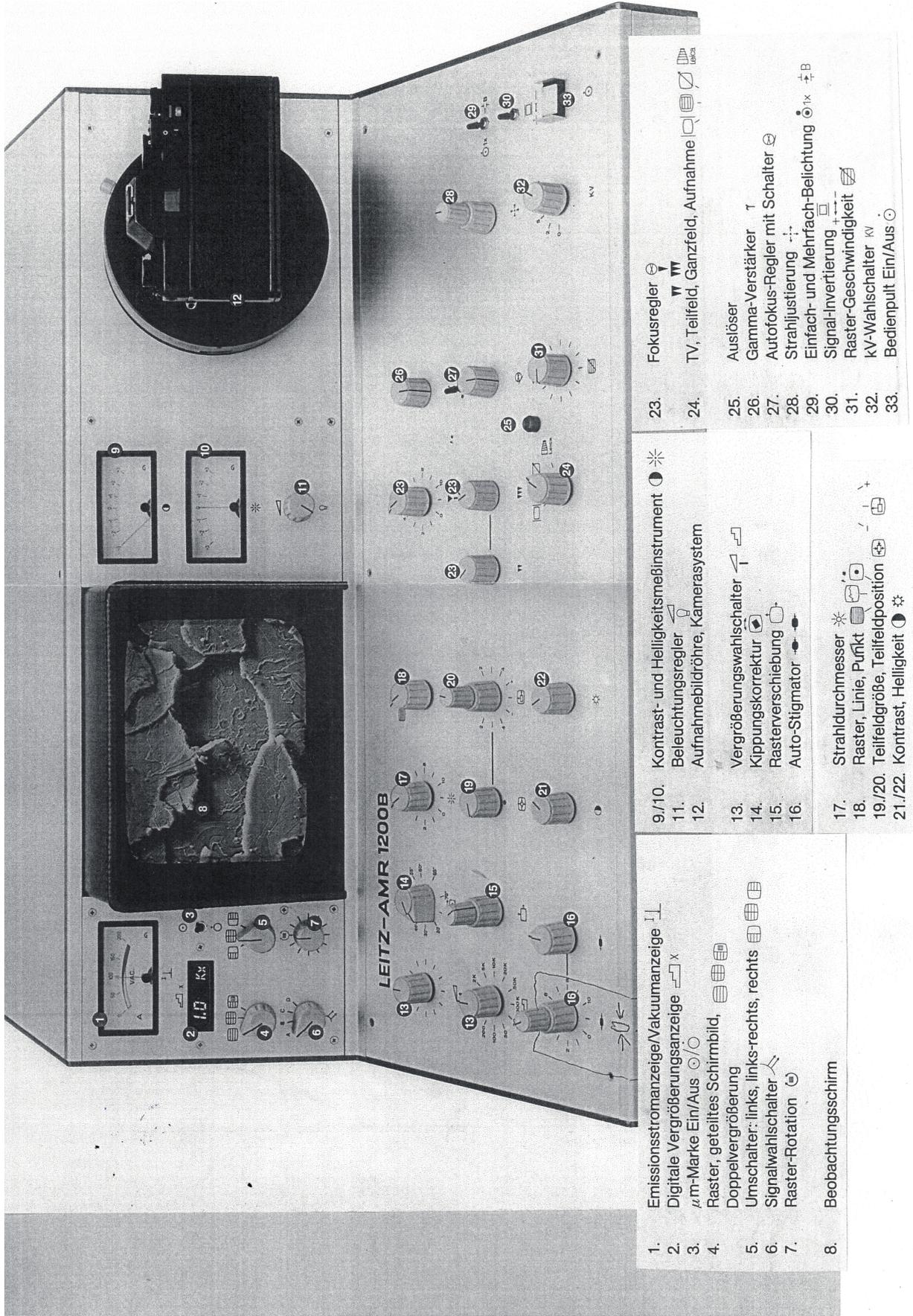
---

### **A4 - Position des Detektors**

---

Beschreiben Sie die Flächenanalysen Ihrer Elementanalysen bei unterschiedlichen Winkeln im Hinblick auf die erkennbaren 'Schatten'. Erklären Sie die Entstehung dieser 'Schatten' und zeigen Sie anhand einer Zeichnung die Position des Detektors auf.

## 5 Leitz-Konsole Übersicht



- 1. Emissionsstromanzeige/Vakuumanzeige
- 2. Digitale Vergrößerungsanzeige
- 3.  $\mu$ m-Marke Ein/Aus
- 4. Raster, geteiltes Schirmbild, Doppelvergrößerung
- 5. Umschalter: links, links-rechts, rechts
- 6. Signalwahlschalter
- 7. Raster-Rotation
- 8. Beobachtungsschirm

- 9./10. Kontrast- und Helligkeitsmeßinstrument
- 11. Beleuchtungsregler
- 12. Aufnahmebildröhre, Kamerasystem
- 13. Vergrößerungswahlschalter
- 14. Kippungskorrektur
- 15. Rasterverschiebung
- 16. Auto-Stigmator
- 17. Strahldurchmesser
- 18. Raster, Linie, Punkt
- 19./20. Teilfeldgröße, Teilfeldposition
- 21./22. Kontrast, Helligkeit

- 23. Fokussregler
- 24. TV, Teilfeld, Ganzfeld, Aufnahme
- 25. Auslöser
- 26. Gamma-Verstärker
- 27. Autofokus-Regler mit Schalter
- 28. Strahljustierung
- 29. Einfach- und Mehrfach-Belichtung
- 30. Signal-Invertierung
- 31. Raster-Geschwindigkeit
- 32. kV-Wahlschalter
- 33. Bedienpult Ein/Aus