

L. Reimer G. Pfefferkorn ✓

# Raster- Elektronenmikroskopie

Zweite, neubearbeitete und erweiterte Auflage

Mit 146 Abbildungen

Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York 1977

# Inhalt

## 1. Einleitung

1.1. Prinzipielle Wirkungsweise und Betriebsarten eines Raster-Elektronenmikroskopes (SEM) . . . . .	1
1.2. Vergleich des Raster-Elektronenmikroskopes mit dem Lichtmikroskop und Transmissions-Elektronenmikroskop . . . . .	3
1.3. Vergleich des Raster-Elektronenmikroskopes mit anderen Elektronenstrahlgeräten . . . . .	9
Literatur zu § 1 . . . . .	14
Monographien, Tagungsbände und Bibliographien . . . . .	14

## 2. Wechselwirkung Elektron–Materie

2.1. Einleitung . . . . .	16
2.2. Elektronenstreuung am Einzelatom . . . . .	17
2.2.1. Elastische Streuung . . . . .	17
2.2.2. Unelastische Streuung . . . . .	18
2.3. Streuung in einer durchstrahlbaren Schicht . . . . .	21
2.3.1. Winkelverteilung gestreuter Elektronen . . . . .	21
2.3.2. Transmission als Funktion der Beobachtungsapertur . . . . .	23
2.3.3. Ortsverteilung gestreuter Elektronen . . . . .	24
2.3.4. Energieverteilung gestreuter Elektronen . . . . .	25
2.4. Elektronendiffusion in kompaktem Material . . . . .	28
2.4.1. Transmission und Reichweite . . . . .	28
2.4.2. Ausdehnung der Diffusionswolke . . . . .	31
2.4.3. Ionisationsdichte und Tiefendosiskurve . . . . .	33
2.5. Rückstreuung und Sekundärelektronen-Emission . . . . .	34
2.5.1. Definition und Messung dieser Größen . . . . .	34
2.5.2. Rückstreuoeffizient einer dünnen Schicht, Austrittstiefe . . . . .	36
2.5.3. Rückstreuoeffizient von kompaktem Material . . . . .	37
2.5.4. Richtungs- und Energieverteilung rückgestreuter Elektronen . . . . .	40
2.5.5. Ausbeute, Energie und Austrittstiefe der Sekundärelektronen . . . . .	41
2.5.6. Beitrag der rückgestreuten Elektronen zur Sekundärelektronenausbeute . . . . .	45
2.5.7. Rauschen der Sekundärelektronenemission . . . . .	45

2.6.	Ausbreitung der Elektronen in Kristallen . . . . .	47
2.6.1.	Das Elektronenwellenfeld in einem Kristall . . . . .	47
2.6.2.	Beugung in Transmission . . . . .	51
2.6.3.	Einfluß der Beugung auf die Rückstreuung . . . . .	54
	Literatur zu § 2 . . . . .	56
<b>3. Elektronenoptik, Aufbau und Funktion des Raster-Elektronenmikroskopes</b>		
3.1.	Elektronenoptische Grundlagen . . . . .	60
3.1.1.	Elektronenstrahlerzeugung . . . . .	60
3.1.2.	Elektronenlinsen . . . . .	63
3.1.3.	Linsenfehler . . . . .	64
3.1.4.	Kleinster Durchmesser der Elektronensonde . . . . .	67
3.1.5.	Optimale Elektronenenergie . . . . .	69
3.2.	Abrasterung und Fokussierung . . . . .	70
3.2.1.	Erzeugung des Rasters . . . . .	70
3.2.2.	Schärfentiefe . . . . .	72
3.2.3.	Fokussierung und Astigmatismuskorrektur . . . . .	74
3.3.	Objektveränderungen durch Elektronenbeschuß . . . . .	76
3.3.1.	Kontamination . . . . .	76
3.3.2.	Objekterwärmung . . . . .	78
3.3.3.	Strahlenschäden . . . . .	79
3.3.4.	Aufladungserscheinungen . . . . .	79
3.3.5.	Beeinflussung integrierter Schaltungen durch den Elektronenstrahl . . . . .	83
3.4.	Objektkammer und Detektoren . . . . .	84
3.4.1.	Objekthalterung und -manipulation . . . . .	84
3.4.2.	Direkte Elektronenstrommessung . . . . .	86
3.4.3.	Szintillator-Photomultiplier-Kombination . . . . .	86
3.4.4.	Kanal-Sekundärelektronenvervielfacher . . . . .	89
3.4.5.	Halbleiter-Detektoren . . . . .	90
3.4.6.	Einfluß der Proben-Detektor-Geometrie . . . . .	91
3.5.	Elektronik und Bildaufzeichnung . . . . .	95
3.5.1.	Elektronische Signalverarbeitung . . . . .	95
3.5.2.	Einfluß der Zeilenstruktur auf das Bild . . . . .	101
3.5.3.	Aufzeichnung dynamischer Vorgänge . . . . .	103
3.6.	Spezielle Techniken der Raster-Elektronenmikroskopie . . . . .	104
3.6.1.	Spiegel-Raster-Elektronenmikroskopie . . . . .	104
3.6.2.	Mikrominiaturisierung mit einem Raster-Elektronenmikroskop . . . . .	105
	Literatur zu § 3 . . . . .	106
<b>4. Abbildung mit Sekundär-, Rückstreuelektronen und Probenströmen</b>		
4.1.	Oberflächentopographie . . . . .	109
4.1.1.	Kontrast durch Flächenneigung (Reliefkontrast) . . . . .	109

4.1.2. Kontrast durch Abschattung . . . . .	113
4.1.3. Kontrast durch erhöhte Emission an Kanten und durchstrahlbaren Objektstrukturen . . . . .	115
4.2. Materialkontrast . . . . .	118
4.2.1. Kontrast durch Variation des Rückstreupekoeffizienten . . . . .	118
4.2.2. Probenstrombild . . . . .	122
4.3. Auflösungsgrenze und Informationstiefe . . . . .	123
4.3.1. Auflösungsgrenze mit Sekundärelektronen . . . . .	123
4.3.2. Abhängigkeit des Informationsvolumens von der Elektronenenergie . . . . .	127
4.3.3. Verbesserung der Auflösung mit Rückstreu elektronen . . . . .	129
4.4. Channelling-Diagramme und Kristallorientierungskontrast . . . . .	130
4.4.1. Erzeugung der Channelling-Diagramme . . . . .	130
4.4.2. Geometrie und Intensität der Channelling-Diagramme . . . . .	134
4.4.3. Anwendung von Channelling-Diagrammen . . . . .	136
4.4.4. Kristallorientierungskontrast . . . . .	140
4.5. Abbildung und Messung elektrischer Potentiale . . . . .	142
4.5.1. Entstehung des Potentialkontrastes im Sekundärelektronenbild . . . . .	142
4.5.2. Quantitative Potentialmessung . . . . .	144
4.5.3. Potentialkontrast integrierter Halbleiterschaltungen . . . . .	146
4.5.4. Stroboskopische Methoden . . . . .	149
4.5.5. Potentialkontrast von piezoelektrischen und ferroelektrischen Kristallen . . . . .	150
4.6. Abbildung und Messung magnetischer Objektfelder . . . . .	151
4.6.1. Beeinflussung der Sekundärelektronen durch magnetische Streufelder (magnetischer Kontrast Typ I) . . . . .	151
4.6.2. Beeinflussung der Rückstreu elektronen durch interne Magnetfelder (magnetischer Kontrast Typ II) . . . . .	153
4.6.3. Ablenkung der Primärelektronen in magnetischen Feldern . . . . .	154
4.7. Abbildung mit internen Probenströmen und elektromotorischen Kräften	155
4.7.1. Erzeugung und Trennung von Ladungsträgern in Halbleitern . . . . .	155
4.7.2. Abbildung von pn-Übergängen . . . . .	157
4.7.3. Abbildung von Kristallbaufehlern . . . . .	161
4.7.4. Messung von Halbleiterkonstanten . . . . .	161
4.7.5. Abbildung von Widerstandsinhomogenitäten . . . . .	163
Literatur zu §4 . . . . .	164

## **5. Raster-Transmissions-Elektronenmikroskopie**

5.1. Spezielle Eigenschaften der Rastertransmission . . . . .	168
5.1.1. Das Reziprozitätsprinzip . . . . .	168
5.1.2. Vorteile des Rasterprinzips in der Transmission . . . . .	170
5.2. Realisierung des Transmissionsbetriebes . . . . .	172
5.2.1. Transmission in einem Raster-Elektronenmikroskop . . . . .	172
5.2.2. Rasterzusatz in einem Transmissions-Elektronenmikroskop . . . . .	174

5.2.3. Das Raster-Transmissions-Elektronenmikroskop nach Crewe . . . . .	175
5.2.4. Raster-Elektronenmikroskopie mit hohen Spannungen . . . . .	178
5.3. Anwendung der Raster-Transmissions-Elektronenmikroskopie . . . . .	179
5.3.1. Durchstrahlung dicker Objektschichten . . . . .	179
5.3.2. Elektronenbeugung im Raster-Transmissionsbetrieb . . . . .	181
5.3.3. Abbildung kristalliner Objekte . . . . .	182
Literatur zu § 5 . . . . .	184
<b>6. Elementanalyse und Abbildung mit emittierten Quanten und Augerelektronen</b>	
6.1. Grundlagen der Röntgenemission . . . . .	186
6.1.1. Die Röntgenbremsstrahlung . . . . .	186
6.1.2. Das Linienspektrum . . . . .	187
6.1.3. Absorption der Röntgenstrahlung . . . . .	191
6.2. Wellenlängen- und energiedispersive Röntgenanalyse . . . . .	192
6.2.1. Wellenlängendispersive Methode mit Kristallmonochromator .	192
6.2.2. Proportionalzählrohr für wellenlängen- und energiedispersive Analyse . . . . .	193
6.2.3. Si(Li)-Detektor für energiedispersive Analyse . . . . .	194
6.2.4. Vor- und Nachteile der wellenlängen- und energiedispersiven Methoden für die Raster-Elektronenmikroskopie . . . . .	198
6.3. Grundlagen der Röntgenmikroanalyse . . . . .	199
6.3.1. Auflösung und Tiefeninformation . . . . .	199
6.3.2. Methoden der quantitativen Röntgenmikroanalyse . . . . .	201
6.3.3. Begrenzung der Analyse durch die Zählstatistik . . . . .	204
6.4. Ausnutzung der Beugung und Absorption der Röntgenstrahlung . . . .	206
6.4.1. Kossel-Diagramme . . . . .	206
6.4.2. Röntgenprojektionsmikroskopie . . . . .	207
6.5. Andere Verfahren der Elementanalyse . . . . .	208
6.5.1. Röntgenfluoreszenzanalyse im Rastermikroskop . . . . .	208
6.5.2. Augerelektronen- (AES) und Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS) . . . . .	209
6.5.3. Energieverlustspektroskopie mit transmittierten Elektronen .	211
6.6. Kathodolumineszenz . . . . .	212
6.6.1. Entstehung der Kathodolumineszenz . . . . .	212
6.6.2. Apparative Grundlagen der Kathodolumineszenz . . . . .	214
6.6.3. Kathodolumineszenz von anorganischen Objekten und Halbleitern . . . . .	217
6.6.4. Kathodolumineszenz organischer und biologischer Objekte .	218
Literatur zu § 6 . . . . .	219
<b>7. Auswertemethoden rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen</b>	
7.1. Ermittlung der dreidimensionalen Struktur . . . . .	223
7.1.1. Übersicht der Stereomethoden . . . . .	223

7.1.2. Messung der Parameter und experimentelle Grenzen in Stereo-Bildpaaren . . . . .	225
7.1.3. Visuelle Betrachtung von Stereo-Bildpaaren . . . . .	229
7.2. Stereometrie . . . . .	229
7.3. Optische Transformationen . . . . .	234
Literatur zu § 7 . . . . .	236

## 8. Präparation

8.1. Einleitung . . . . .	237
8.2. Präparatmontage und Oberflächenvorbereitung . . . . .	237
8.2.1. Präparatmontage . . . . .	237
8.2.2. Oberflächenvorbereitung . . . . .	238
8.3. Stabilisierung der Objekte . . . . .	239
8.3.1. Übersicht der Methoden . . . . .	239
8.3.2. Fixierung . . . . .	243
8.3.3. Entwässerung und Lufttrocknung . . . . .	245
8.3.4. Kritische-Punkt-Trocknung (CPD) . . . . .	245
8.3.5. Gefrierschock und Gefriertrocknung . . . . .	250
8.3.6. Kühlischmethode . . . . .	252
8.4. Kleine Teilchen und durchstrahlbare Präparate . . . . .	253
8.5. Abdruckverfahren . . . . .	255
8.5.1. Oberflächenabdrücke . . . . .	255
8.5.2. Injektionsabdrücke . . . . .	256
8.6. Vermeidung von Aufladungen . . . . .	257
8.6.1. Hochvakuumbedämpfung . . . . .	257
8.6.2. Kathodenzerstäubung . . . . .	259
8.6.3. Antistatika . . . . .	260
8.6.4. Behandlung mit OsO <sub>4</sub> . . . . .	260
8.7. Erweiterung der Bildinformation . . . . .	261
8.7.1. Schrägbedämpfung . . . . .	261
8.7.2. Chemische Kontrastierung und histochemische Methoden . . . . .	263
8.7.3. Trocken- und Gefrierbruch biologischer Objekte . . . . .	265
8.7.4. Chemische Ätzung . . . . .	265
8.7.5. Ionenätzung . . . . .	266
8.7.6. Mechanische Deformation und Fraktographie . . . . .	268
8.7.7. Präparate mit ebener Untersuchungsfläche . . . . .	269
Literatur zu § 8 . . . . .	271
<b>Sachverzeichnis . . . . .</b>	<b>275</b>