

Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg Institut für Physik

# Physikalisches Praktikum Master

Stand der Anleitung: 15.11.2024



# M07: Wechselwirkung von Elektronen und Materie

# Aufgaben

- 1) Ermitteln Sie im Rasterelektronenmikroskop die Abhängigkeit der Ausbeuten der Sekundär- und der Rückstreuelektronen von der Ordnungszahl der Probenatome und vom Kippwinkel der Probe.
- 2) Nehmen Sie mittels Sekundär- und Rückstreuelektronen sowie durch EBIC (electron beam induced current) erzeugte Bilder eines Transistors auf und diskutieren Sie die sichtbaren Strukturen. Optimieren und vergleichen Sie die Bildqualität und das Auflösungsvermögen.
- 3) Bestimmen Sie den elektronenstrahlinduzierten Strom in der Raumladungszone einer querschnittspräparierten Siliziumdiode in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung. Interpretieren Sie das Ergebnis mithilfe der Größe des Wechselwirkungsvolumens.
- 4) Untersuchen Sie die Verbreiterung der Raumladungszone der querschnittspräparierten Diode bei Anlegen einer Sperrspannung. Schätzen Sie aus dem Verlauf des EBIC-Signals die Diffusionslänge der Minoritätsladungsträger ab.

# Kontrollfragen

- Welche Gemeinsamkeiten und Unterschiede weisen Licht- und Elektronenmikroskop auf?
- Welche Wellenlänge haben Elektronen nach Durchlaufen einer für Elektronenmikroskope typischen Beschleunigungsspannung?
- Warum kann ein Elektronenmikroskop nicht unter atmosphärischen Bedingungen betrieben werden? (Anmerkung: Es gibt das "environmental SEM" schauen Sie sich das doch mal an.)
- Worin besteht der Unterschied zwischen Rasterelektronenmikroskop (REM, engl. SEM), Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und Rastertransmissionselektronenmikroskop (engl. STEM)? Welche Auflösungen werden von diesen Geräten erreicht?
- Wodurch wird das Auflösungsvermögen beim REM bestimmt?
- Wie wird im REM der Elektronenstrahl erzeugt und gebündelt?
- Welche Linsenfehler sind für das REM von Bedeutung, und wie kommen diese Linsenfehler zustande?
- Wodurch wird die Eindringtiefe der Primärelektronen in der Probe bestimmt?
- Welche Wechselwirkungsprodukte werden vom Elektronenstrahl in der Probe erzeugt und wie werden diese detektiert?
- Wodurch wird der Kontrast im Sekundär- und Rückstreuelektronenbild erzeugt?
- Welchen Einfluss hat der Einstrahlwinkel auf die Ausbeute der Sekundär- und Rückstreuelektronen?
- Mit welcher Methode können im REM Elementmappings durchgeführt werden?
- Wie funktioniert die EBIC-Methode und welche Informationen liefert sie?
- Wie kann mithilfe von EBIC an einem p-n-Übergang die Diffusionslänge der Minoritätsladungsträger ermittelt werden?

# 1. Einleitung

Das erste, 1934 von Ernst Ruska entwickelte Elektronenmikroskop beruhte auf wellenoptischer Abbildung analog zum Lichtmikroskop, allerdings mit deutlich verbesserter Auflösung aufgrund der kleineren Wellenlänge der Elektronen gegenüber dem Licht. Die Grundlage für die Beschreibung von Elektronen als Materiewellen war bereits 1924 von Louis de Broglie in seiner Doktorarbeit gelegt worden. Danach haben Elektronen die de-Broglie-Wellenlänge

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2 m E}} \tag{1}$$

wobei h das Planck'sche Wirkungsquantum, p der Impuls, m die Masse und E die kinetische Energie des Elektrons ist. Es heißt, dass Ernst Ruska enttäuscht war, dass auch im Elektronenmikroskop ein Wellenphänomen die Auflösung begrenzt. Das Grundprinzip wird jedoch weiterhin im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) angewendet, mit dem atomare Auflösung erreicht werden kann.

Zu einem weit verbreiteten Gerät für die Untersuchung von Oberflächen in vielen Bereichen von der Halbleiterphysik über die Nanotechnologie bis zur Biologie und Medizin hat sich das Rasterelektronenmikroskop (REM, engl. SEM: scanning electron microscope) entwickelt. Es wurde 1937 von Manfred von Ardenne erfunden und folgt einem anderen Funktionsprinzip als das klassische Elektronenmikroskop. Im REM wird die Probenoberfläche mit einem fein gebündelten Elektronenstrahl abgerastert, wobei punktweise verschiedene infolge der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe entstehende Teilchen registriert, in Helligkeitswerte übersetzt und zu einem Bild zusammengesetzt werden. Die Auflösung ist letztlich durch den Durchmesser des Elektronenstrahls und die Größe des Wechselwirkungsgebiets begrenzt. Moderne Geräte erreichen Auflösungen im nm-Bereich und eine etwa eintausend mal größere Schärfentiefe als Lichtmikroskope.

Der Versuch soll ein grundlegendes Verständnis dafür vermitteln, wie der Helligkeitskontrast und die Auflösung im REM zustande kommen und welche Informationen mithilfe der verschiedenen Wechselwirkungsprodukte gewonnen werden können. Darüber hinaus soll die spezielle Untersuchungsmethode EBIC (electron beam induced current) auf Halbleiterproben angewendet werden, um grundlegende halbleiterphysikalische Zusammenhänge nachzuvollziehen.

# 2. Grundlagen

# 2.1 Wechselwirkungsprodukte im Rasterelektronenmikroskop

Der wesentliche Teil der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe findet in einem birnenförmigen Bereich dicht unter der Oberfläche statt, dessen Größe vor allem von der Energie der Primärelektronen abhängt. Infolge der Wechselwirkung treten Elektronen aus der Probe aus, die anhand ihrer Energie in Rückstreuelektronen (RE), Sekundärelektronen (SE) und Auger-Elektronen (AE) unterschieden werden. Des Weiteren werden Röntgenquanten (X) emittiert. Die sogenannte Wechselwirkungsbirne und die Wechselwirkungsprodukte sind schematisch in Abbildung 1 dargestellt.



**Abb. 1:** Bereich und Produkte der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe. Bezeichnungen: PE - Primärelektronen, BSE - Rückstreuelektronen, SE - Sekundärelektronen, AE - Auger-Elektronen, X - Röntgenquanten. (Quelle: L. Reimer, Scanning Electron Microscopy. Springer (1998))

Die Eindringtiefe des Elektronenstrahls R<sub>e</sub>und damit die ungefähre Größe der Wechselwirkungsbirne können mithilfe der folgenden empirischen Formel, die dem Skript "Grundlagen EBIC" der Carl-von-Ossietzky-Universität Oldenburg (http://oops.uni-oldenburg.de/401/8/ebic.pdf) entnommen wurde, abgeschätzt werden:

$$R_{e} = 0.043 \ \mu m \cdot \frac{(E/keV)^{1.75}}{\rho/(g \ cm^{-3})}$$
(2)

#### Sekundär- und Rückstreuelektronen

Für die Bildgebung im REM sind vor allem Sekundärelektronen und Rückstreuelektronen relevant. Die Anzahl der vom jeweiligen Detektor erfassten Sekundär- bzw. Rückstreuelektronen im Verhältnis zur Anzahl der einfallenden Primärelektronen wird als Ausbeute bezeichnet. Für die folgenden Betrachtungen wird angenommen, dass die Ausbeuten proportional zur Anzahl der erzeugten Sekundär- bzw. Rückstreuelektronen sind.

Sekundärelektronen entstehen durch Wechselwirkung mit der Elektronenhülle der Probenatome. Dabei handelt es sich um stark inelastische Streuvorgänge, bei denen nur ein kleiner Teil der Energie der Primärelektronen auf die Sekundärelektronen übertragen wird. Sekundärelektronen mit einer Energie, die größer als die Austrittsarbeit ist, können die Probe verlassen, wobei die Wahrscheinlichkeit dafür wie  $\exp(-z/w)$  mit dem Abstand z von der Oberfläche abfällt. Hierbei ist w die mittlere freie Weglänge der Sekundärelektronen, die bei einigen nm liegt und damit den Tiefenbereich markiert, aus dem das Signal der Sekundärelektronen stammt.

Wird die Probenoberfläche gegenüber dem Elektronenstrahl um den Winkel  $\varphi$  gekippt, so reduziert sich der Abstand zur Oberfläche um cos( $\varphi$ ). Für die Anzahl der Sekundärelektronen bedeutet das:

$$N_{SE}(\phi) \propto \int_{0}^{\infty} \exp\left(-\frac{z\cos(\phi)}{w}\right) dz = \frac{w}{\cos(\phi)}$$
(3)

Das Energiespektrum der Sekundärelektronen lässt sich mit einigen vereinfachenden Annahmen wiedergeben durch:

$$\frac{\mathrm{dN}_{\mathrm{SE}}}{\mathrm{dE}_{\mathrm{SE}}} \propto \frac{\mathrm{E}_{\mathrm{SE}}}{\mathrm{E}_{\mathrm{PE}}} (\mathrm{E}_{\mathrm{SE}} + \mathrm{W}_{\mathrm{A}})^{-4} \tag{4}$$

wobei E<sub>SE</sub> bzw. E<sub>PE</sub> die Energien der Primär- bzw. Sekundärelektronen sind und W<sub>A</sub> die Austrittsarbeit ist. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 2 wiedergegeben.

Das Spektrum der Sekundärelektronen hat ein Maximum bei wenigen eV und fällt zu höheren Energien hin ab. Häufig wird eine Energie von 50 eV als obere Grenze für Sekundärelektronen verwendet, indem der Detektor entsprechend eingestellt wird.

Weiterhin ist aus Gleichung (4) ersichtlich, dass die Ausbeute der Sekundärelektronen von der Energie der Primärelektronen abhängt, was auf die sich verändernde Eindringtiefe der Primärelektronen und die dadurch beeinflusste Wahrscheinlichkeit für die Sekundärelektronen, die Probe zu verlassen, zurückzuführen ist.



**Abb. 2:** Spektrum der Sekundärelektronen nach (4), normiert auf das Maximum und berechnet mit den Austrittsarbeiten von Gold bzw. Aluminium. (Quelle: M.S. Chung and T. E. Everhart, Journal of Applied Physics 45, 707 (1974))

Als Rückstreuelektronen werden alle Elektronen mit einer Energie größer als die der Sekundärelektronen bezeichnet (Abbildung 3). Sie entstehen bei annähernd elastischen Streuvorgängen der Primärelektronen an den Atomkernen der Probe. Tendenziell nimmt ihre Energie mit zunehmender Tiefe ihres Entstehungsortes aufgrund von inelastischen Streuungen auf dem Weg zur Probenoberfläche ab. Die sogenannten "low-loss-Elektronen", die einen großen Teil der Energie der Primärelektronen tragen und die auch den größten Teil der Ausbeute der Rückstreuelektronen ausmachen, entstammen daher aus einem ähnlichen Tiefenbereich wie die Sekundärelektronen.

Aufgrund der mit höherer Energie größeren mittleren freien Weglänge ist die Wahrscheinlichkeit, die Probe zu verlassen, für Rückstreuelektronen weniger von der Energie der Primärelektronen und vom Kippwinkel der Probenoberfläche abhängig als für Sekundärelektronen. Jedoch ist die Ausbeute der Rückstreuelektronen deutlich stärker von der Ordnungszahl der Atome in der Probe abhängig als die der Sekundärelektronen.

Zum Kontrast im REM-Bild tragen verschiedene Effekte bei, die für Sekundär- und Rückstreuelektronen unterschiedlich ausgeprägt sind:

- Der **Flächenneigungskontrast** äußert sich darin, dass gegenüber der Richtung des Elektronenstrahls geneigte Flächen auf der Probenoberfläche heller erscheinen. Er kommt aufgrund der oben erläuterten Winkelabhängigkeit der Ausbeute zustande und trägt wesentlich zum Kontrast im Sekundärelektronenbild bei.
- Der **Materialkontrast** trägt hauptsächlich zum Kontrast im Rückstreuelektronenbild bei und resultiert aus der erwähnten höheren Ausbeute bei größeren Ordnungszahlen des Probenmaterials.



**Abb. 3:** Schematische Darstellung eines Elektronenspektrums im REM mit Sekundärelektronen (SE), Rückstreuelektronen (RE) und dem elastischen Peak bei der Energie der Primärelektronen (E0). (Quelle: P. F. Schmidt, Praxis der Rasterelektronenmikroskopie. Expert (1994))

- Der **Abschattungskontrast** lässt vom Detektor abgewandte Bereiche der Probe dunkler erscheinen und trägt in Verbindung mit der hohen Schärfentiefe des REM-Bildes zum dreidimensionalen Eindruck bei.
- Ferner spielen auch Kanten- und Rauheitseffekte (herausspringende Kanten und raue Flächen erscheinen heller, Gräben und glatte Flächen dunkler) sowie sog. Channeling- und Potentialeffekte (Bereiche unterschiedlicher Kristallorientierung und mit verschiedenem elektrischem Potential erscheinen unterschiedlich hell) eine Rolle.

#### Auger-Elektronen und charakteristische Röntgenstrahlung

Auger-Elektronen entstehen aufgrund der Ionisation oder der Anregung einer inneren Schale der Elektronenhülle der Probenatome. Beim anschließenden Übergang eines Elektrons von einer energetisch höheren Schale wird Energie frei, die ein weiteres Elektron auf einer äußeren Schale anregen kann. Auger-Elektronen, die nahe der Probenoberfläche erzeugt werden, können die Probe verlassen und haben ein für die Probenatome charakteristisches Energiespektrum, das mithilfe eines energieauflösenden Detektors aufgenommen werden kann.

Parallel zur Erzeugung von Auger-Elektronen tritt bei der Anregung oder Ionisation der inneren Schalen die Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung auf, die spektrometrisch erfasst werden kann. Dieses Analyseverfahren ist als energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS oder EDX) bekannt. Das Verhältnis der Erzeugung von Röntgenphotonen und Augerelektronen beim Nachrücken äußerer Elektronen nach der Anregung oder Ionisation innerer Schalen hängt von der Ordnungszahl ab. Bei schweren Kernen überwiegt die Emission von Röntgenstrahlung.

# 2.2 Elektronenstrahlinduzierte Ströme

Mittels elektronenstrahlinduzierter Ströme (engl. EBIC: electron beam induced current) können insbesondere Halbleiterstrukturen untersucht werden und Parameter wie Diffusionslänge, Rekombinationsgeschwindigkeit sowie Ort und Breite von Raumladungszonen in p-n-Übergängen oder Schottky-Kontakten bestimmt werden (Abbildung 4). Dazu wird ausgenutzt, dass der Elektronenstrahl des REM Elektron-Loch-



**Abb. 4:** Kontaktierter Transistor im Sekundärelektronenbild (links) und im EBIC-Bild (rechts). Das EBIC-Bild ist invertiert, dadurch zeichnet sich die Raumladungszone entlang der dunklen Linie um die Halbleiterstrukturen ab. Paare im Halbleitermaterial erzeugt und die Konzentration der Minoritätsladungsträger innerhalb des Anregungsvolumens erhöht. Dadurch ändert sich die Leitfähigkeit der Probe, die in Abhängigkeit vom Ort des Elektronstrahls gemessen in entsprechende Bildinformationen übersetzt werden.

#### Messsystem

Das Messsystem (Abbildung 5) besteht aus einer elektrischen Signalerfassungseinheit mit Verstärker, die ihr Ausgangssignal an das REM zur Bilderzeugung übergibt. EBIC wird normalerweise bei einer Beschleunigungsspannung von einigen kV bis zu mehreren zehn kV durchgeführt. Das EBIC-Signal wird von einem Stromverstärker verstärkt und zunächst an einen Strom-Spannung-Wandler mit unterschiedlichen Verstärkungsstufen weitergeleitet. Die analoge Spannung wird schließlich von einem A/D-Wandler in ein digitales Signal umgewandelt. Je nach Scangeschwindigkeit können außerdem Zeitkonstanten und ein Offset-Strom variiert werden. Des Weiteren ist es in der vorliegenden Versuchsanordnung möglich, eine äußere Spannung an die Probe anzulegen, wobei der Strom durch einen Vorwiderstand begrenzt wird. Diese Spannung kann z. B. dafür genutzt werden, die Raumladungszone eines p-n-Übergangs zu variieren oder die energetische Lage von Defekten zu untersuchen.

#### **Theoretische Grundlagen**

Zur exakten Beschreibung des EBIC-Signals muss die Kontinuitätsgleichung unter gegebenen Randbedingungen für eine Einheits-Punktladungsquelle gelöst werden. Die Kontinuitätsgleichung kann dabei als Ratengleichung formuliert werden, die die Volumenkonzentration der durch EBIC erzeugten freien Ladungsträgerpaare n über der Zeit mit der Rate generierter Ladungsträgerpaare G, der Rekombinationsrate R und der Teilchenstromdichte  $\vec{J}/q_e$  verknüpft:



**Abb. 5:** Vereinfachtes Schema eines EBIC-Messsystems (nach: S. Huth, Dissertation. MLU Halle-Wittenberg (2002))

$$\frac{\partial \mathbf{n}}{\partial t} = \mathbf{G} - \mathbf{R} - \frac{\nabla \mathbf{J}}{\mathbf{q}_{e}}$$
(5)

wobei  $\vec{J}$  die elektrische Migrationsstromdichte und  $q_e$  die Elementarladung ist Die Lösung dieser Gleichung ist kompliziert und im Allgemeinen nicht analytisch möglich, da es nicht trivial ist, auf den Zusammenhang zwischen Migrationsstrom- und Ladungsträgerdichte zu schließen, wenn im Material laufend Ladungsträger erzeugt werden. Im Fall eines planaren p-n-Übergangs lässt sich Gleichung (5) jedoch in analytisch lösbare Differentialgleichungen überführen.

Beispielhaft betrachten wir das p-Gebiet eines n<sup>+</sup>-p-Übergangs (Abbildung 6) und untersuchen zunächst die Raumladungszone (RLZ), wobei wir davon ausgehen, dass hier keine Rekombination stattfindet (R = 0). Da es sich um ein eindimensionales Problem handelt, lautet Gleichung (5) im stationären Zustand ( $\partial n/\partial t = 0$ ):

$$G = \frac{\partial J}{\partial x} / q_e \tag{6}$$

Die Generationsrate kann durch  $G = g \delta(x - x')$  angenähert werden, wenn der Elektronenstrahl am Ort x' eingestrahlt wird. Durch Integration über die gesamte Breite der RLZ ergibt sich:

$$\frac{J}{q_e} = g \tag{7}$$



**Abb. 6:** EBIC an einem planaren n<sup>+</sup>-p-Übergang. Aufgrund der Rekombination fällt die Sammlungswahrscheinlichkeit, mit der die generierten Minoritätsladungsträger zum EBIC-Signal beitragen, exponentiell mit dem Abstand zur Raumladungszone ab. Innerhalb der Raumladungszone ist die Sammlungswahrscheinlichkeit nahezu eins. Die durch EBIC in der RLZ erzeugte Stromdichte ist also gleich der Generationsrate. Für letztere kann eine obere Grenze abgeschätzt werden, indem die im Primärelektronenstrom I<sub>e</sub> enthaltene Leistung I<sub>e</sub> · U<sub>B</sub> (U<sub>B</sub> ist die Beschleunigungsspannung im REM) ins Verhältnis zur für die Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares mindestens erforderliche Energie der Bandlücke des Halbleiters E<sub>g</sub> gesetzt wird, so dass für den erzeugten EBIC folgt:

$$I \lesssim \frac{I_{e} \cdot U_{B}}{E_{g}}$$
(8)

Für die Abbildung der RLZ mittels EBIC ist zu berücksichtigen, dass die Näherung einer Generation an einem Punkt wegen der Ausdehnung des Wechselwirkungsbereichs des Elektronenstrahls besonders für die schmale RLZ zu grob ist. Außerdem kann das Bild durch eine Variation der Dotierung und durch Rekombination aufgrund von Defekten in der RLZ beeinflusst werden. Andererseits kann durch Anlegen einer Vorspannung die Breite der RLZ gezielt verändert werden. Hieraus ergeben sich Möglichkeiten zur Untersuchung von Defekten und Inhomogenitäten der Dotierung.

Bei der Betrachtung der quasi-neutralen Region (QNR) außerhalb der RLZ gehen wir davon aus, dass die Rekombinationsrate R mit der Lebensdauer  $\tau$  der Minoritätsladungsträger als R = n/ $\tau$  geschrieben werden kann. Im Allgemeinen setzt sich der Migrationsstrom  $\vec{J}$  aus dem Driftstrom q<sub>e</sub> µ n  $\vec{E}$  und dem Diffusionsstrom q<sub>e</sub> D  $\nabla$ n zusammen, wobei µ die Beweglichkeit und D die Diffusionskonstante der Minoritätsladungsträger ist. Jedoch liegt in der QNR liegt kein elektrisches Feld vor, so dass der Driftstrom verschwindet. Wird Gleichung (5) zunächst für den Fall formuliert, dass keine Ladungsträger generiert werden (G = 0), so ergibt sich für den stationären Zustand ( $\partial$ n/ $\partial$ t = 0) in der QNR:

$$D\frac{\partial^2 n}{\partial x^2} + \frac{n}{\tau} = 0 \tag{9}$$

Um die Generation von Ladungsträgern zu berücksichtigen, wird die Sammlungswahrscheinlichkeit  $\eta(x)$  eingeführt. Sie beschreibt die Wahrscheinlichkeit, dass ein am Ort x erzeugter Minoritätsladungsträger durch Diffusion die RLZ erreicht, ohne zu rekombinieren, und damit zum EBIC beiträgt. Für die Sammlungswahrscheinlichkeit gilt das sogenannte Reziprozitätstheorem (C. Donolato, Applied Physics Letters 46, 270 (1983) und Journal of Applied Physics 66, 4524 (1989)), nach dem die Sammlungswahrscheinlichkeit der erzeugten Minoritätsladungsträger dem Verlauf der normierten Minoritätsladungsträgerdichte n/n<sub>0</sub> für den Fall, dass keine Generation stattfindet, entspricht:

$$\eta(\mathbf{x}) = \frac{\mathbf{n}}{\mathbf{n}_0} \tag{10}$$

Hierbei ist no die Minoritätsladungsträgerdichte am Rand der RLZ. Anschaulich bedeutet das Reziprozitätstheorem, dass die Wahrscheinlichkeit für einen am Ort x in der QNR erzeugten Minoritätsladungsträger, die RLZ zu erreichen ohne zu rekombinieren, gleich der Wahrscheinlichkeit für einen Minoritätsladungsträger, der aus der RLZ herausdiffundiert, den Abstand x von der RLZ zu erreichen ohne zu rekombinieren, ist.

Aus Gleichung (9) und (10) ergibt sich eine homogene Differentialgleichung zweiter Ordnung für die Sammlungswahrscheinlichkeit:

$$\frac{\partial^2 \eta}{\partial x^2} = -\frac{\eta}{\tau D} \tag{11}$$

Wenn die QNR als in x-Richtung unendlich ausgedehnt angesehen werden kann, so wird Gleichung (11) durch eine einfache Exponentialfunktion gelöst:

$$\eta(\mathbf{x}) = \eta(\mathbf{x}_0) \, \mathrm{e}^{-\mathbf{x}/\sqrt{\tau \, \mathrm{D}}} \tag{12}$$

mit der Randbedingung  $\eta(x_0) = 1$ , wobei  $x_0$  der Rand der RLZ ist, und der sogenannten Diffusionslänge L =  $\sqrt{\tau D}$ . Somit ergibt sich ein exponentieller Abfall des EBIC-Signals mit dem Abstand des Einstrahlortes des Elektronenstrahls von der RLZ, aus dem die Diffusionslänge bestimmt werden kann.

#### 2.3 Aufbau und Funktionsweise des Rasterelektronenmikroskops

Die wesentlichen Komponenten eines REM sind in Abbildung 10 dargestellt. Wegen der zur Beschleunigung der Elektronen notwendigen Hochspannung, und um eine Streuung der Elektronen auf dem Weg zur Probe zu vermeiden, befinden sich alle Komponenten im Hochvakuum.



**Abb. 10:** Schematischer Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops. (Quelle: P. F. Schmidt, Praxis der Rasterelektronenmikroskopie. Expert Verlag (1994))

#### Strahlerzeugung

Die Primärelektronen werden durch thermische Emission erzeugt. Der Emitter im REM besteht aus Kathode, Anode und dem Wehnelt-Zylinder. Ein haarnadelförmig gebogener Wolframdraht bildet die Kathode und wird durch einen Stromfluss auf ca. 2800 K erhitzt. Die Gesamtheit der dadurch von der Kathode emittierten Elektronen wird als Emissionsstrom bezeichnet. Die auf eine Flächeneinheit bezogene Emissionsstromdichte kann nach der Richardson-Gleichung berechnet werden:

$$J_{\rm F} = A \, {\rm T}^2 \, {\rm e}^{-{\rm W}/{\rm k}{\rm T}} \tag{13}$$

mit der Temperatur T und der Austrittsarbeit W der Kathode sowie der Richardson-Konstante A =  $4\pi k^2/h^3 \cdot m$  e und der Boltzmann-Konstante k.

Durch die Beschleunigungsspannung werden die Elektronen zur Anode hin beschleunigt und passieren dabei den Wehneltzylinder, der auf einem negativen Potential gegenüber der Kathode liegt und eine Fokussierung des Elektronenstrahls bewirkt. Am sog. Crossover öffnet sich der Elektronenstrahl kegelförmig zur Anode hin und tritt durch ein Loch durch sie hindurch.

Der Strom am Crossover ergibt sich aus der Emissionsstromdichte und dem Strahlquerschnitt mit dem Durchmesser d<sub>C</sub>:

$$I_{\rm C} = \frac{\pi \, {\rm d_{\rm C}}^2}{4} J_{\rm E} \tag{14}$$

Eine weitere wichtige Kenngröße des Elektronenstrahls ist der Richtstrahlwert. Er wird auch als Helligkeit bezeichnet und ist definiert als das Verhältnis aus der Stromdichte am Crossover und dem Raumwinkel. Letzterer berechnet sich nach  $4\pi \sin^2(\alpha/4) \approx \pi \alpha^2/4$ , wenn  $\alpha$  der halbe Öffnungswinkel des Strahlkegels, die sogenannte Apertur, ist. Damit folgt für den Richtstrahlwert:

$$\beta = \frac{4 I_{\rm C}}{\pi^2 d_{\rm C}^2 \alpha} \tag{15}$$

Er ist also umso größer, je besser die Fokussierung am Crossover, je höher die Temperatur der Kathode und je geringer ihre Austrittsarbeit ist. Aus diesem Grund wird meist Wolfram wegen seiner hohen Schmelztemperatur mit einer Beschichtung, um die Austrittsarbeit zu reduzieren, als Kathode verwendet. Größe und Ausrichtung des Strahlstroms können durch eine nach der Anode angeordnete Strahlblende und Alignmentspulen eingestellt werden.

#### Linsen- und Ablenksystem

Das Linsensystem eines REM besteht aus Kondensor- und Objektivlinse und mehreren Blenden. Es bewirkt eine mehrfach verkleinerte Abbildung des Crossover auf die Probe. Das Auflösungsvermögen ist durch den daraus resultierenden Strahldurchmesser auf der Probe einschließlich der Abbildungsfehler begrenzt. Abbildungsfehler führen dazu, dass die von einem Punkt ausgehenden Elektronen nach dem Durchlaufen der Linsen nicht wieder in einem Punkt zusammenlaufen, sondern ein Fehlerscheibchen bilden, wodurch es zu einer Strahlverbreiterung kommt. In weitgehender Analogie zur Optik treten im REM die gleichen Abbildungsfehler wie in einem Lichtmikroskop auf: sphärische Aberration, Astigmatismus und Beugungsfehler. Das Ablenksystem dient dazu, den Elektronenstrahl zum Abrastern über die Probenoberfläche zu führen. Außerdem enthält es Spulen zur Astigmatismuskorrektur und eine Aperturblende zur finalen Einstellung des Strahldurchmessers.

#### **Detektoren und Bildgebung**

Die bei der Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit der Probe entstehenden Sekundär- und Rückstreuelektronen werden von einem Everhart-Thornley-Detektor erfasst. Dabei handelt es sich um eine Kombination aus einem Szintillator und einem Photomultiplier. Auftreffende Elektronen erzeugen im Szintillator Photonen, die auf die Photokathode des Photomultipliers geleitet werden, der daraus ein elektrisches Signal erzeugt. Von einer Auswerteelektronik werden die detektierten Elektronen für jeden Rasterpunkt gezählt. Die Ergebnisse werden in die Graustufenwerte des angezeigten Bildes übersetzt. Durch Variation der elektrischen Verstärkungsparameter des Detektors können Helligkeit und Kontrast des Bildes gesteuert werden.

Eine Diskriminierung bezüglich der kinetischen Energie der Sekundär- und Rückstreuelektronen wird durch ein metallisches Gitter erreicht, das vor dem Szintillator angeordnet ist und entweder auf einem positiven Potential liegt, um die Sekundärelektronen anzuziehen, oder auf einem negativen Potential liegt, so dass nur die Rückstreuelektronen mit höherer kinetischer Energie den Szintillator erreichen. Wenn das Potential variiert werden kann, oder - wie im vorliegenden Aufbau - zwei verschiedene Detektoren verwendet werden, können separate Sekundär- und Rückstreuelektronenbilder erzeugt werden.

# Literatur:

H. Bethge, J. Heydenreich (Hrsg.): Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften (1982)

P. J. Goodhew, J. F. Humphreys: Elektronenmikroskopie. McGraw-Hill (1991)

P. F. Schmidt: Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse. Expert Verlag (1994)

L. Reimer: Scanning Electron Microscopy. Springer (1998)

G. Salviati et al., Comprehensive Semiconductor Science and Technology 4, 308 (2011)

N. Erdmann, D. C. Bell, R. Reichelt in: Handbook of Microscopy. Springer (2019)

Carl-von-Ossietzky-Universität Oldenburg: Grundlagen EBIC. http://oops.uni-oldenburg.de/401/8/ebic.pdf

# 3. Hinweise für die Versuchsdurchführung

# 3.1 Bedienung des Rasterelektronenmikroskops

Achtung! Bei Unklarheiten bezüglich der Bedienung lesen Sie bitte in der Bedienungsanleitung nach oder fragen Sie den/die Betreuer/in.

Machen Sie sich vor dem Einschalten mit dem Aufbau des REM und mit den Bedienelementen zur Bewegung der Probe an der Kammertür vertraut.

# Einschalten

- Schalter DISPLAY POWER auf ON
- Probe einsetzen, Z-Kontrollknopf auf EX und Kammer schließen
- Schalter EVAC POWER auf ON, dabei die Kammertür einige Minuten andrücken bis die Druckanzeige fällt
- PC einschalten, Programm SEM Control starten
- warten, bis die Lampe HIGH VAC grün leuchtet
- im Programm die Taste SE drücken, das REM wird mit den zuletzt gespeicherten Einstellungen gestartet



**Abb. 11:** Einschalten (links) und Ausschalten (rechts) des REM im Programm SEM Control.

# Ausschalten

- im Programm die Taste VAC drücken und warten, bis alle Funktionen in der Leiste inaktiv sind
- Stickstoffventil öffnen und Schalter EVAC POWER auf OFF
- warten, bis sich die Kammertür öffnen lässt, Stickstoffventil schließen

# Bild einstellen

- Bedienung der Schieberegler: mit der linken Maustaste zwischen Grob- und Feineinstellung umschalten, mit der rechten Maustaste deaktivieren
- Filamentstrom nicht verändern, Strahlstrom durch SPOTSIZE variieren
- Arbeitsabstand: 5 ... 20 mm (je kleiner der Arbeitsabstand, desto höher die Auflösung und desto geringer die Tiefenschärfe)
- niedrigste Vergrößerung wählen, Helligkeit und Kontrast einstellen (für den RE-Detektor unter AUX)
- Vergrößerung sukzessive erhöhen und das Bild immer wieder scharfstellen
- bei hoher Vergrößerung unter ALIGN den Astigmatismus korrigieren, dafür und für die Fokuseinstellung die Funktion ROI (region of interest) verwenden
- Aufnehmen eines SE-Bildes mit SLOW 800 oder 1200, Aufnehmen eines RE-Bildes mit SLOW RE

# Messung der Detektorzählraten

- Funktion LINE aktivieren und Messzeit ablesen
- POINTS auswählen und Messpunkte im Bild markieren
- Messung mit ACQUISITION, Daten mit EXPORT sichern

# 3.2 Hinweise zu den Aufgaben

#### Zu Aufgabe 1

Die Ausbeute der Sekundärelektronen (SE) bzw. der Rückstreuelektronen (SE) ist das Verhältnis aus der Zählrate des jeweiligen Detektors und dem Fluss der Primärelektronen (PE). Daher müssen die Detektoreinstellungen während der Bestimmung ihrer Abhängigkeiten konstant gehalten und der Strom der Primärelektronengemessen werden. Letzteres geschieht im vorliegenden Aufbau mittels einer Ringelektrode. Damit diese Messung nicht von SE und RE beeinflusst wird, befindet sich im Probenhalter mit den verschiedenen Elementen eine durchgehende Bohrung (Abbildung 12). Stellen Sie die Bohrung in die Mitte des Bildes und erhöhen Sie sukzessive die Vergrößerung, bis kein Teil des Probenhalters mehr zu sehen ist. Der Elektronenstrahl fällt nun vollständig in die Bohrung und der Strahlstrom kann am Messgerät abgelesen werden.



**Abb. 12:** Probenhalter mit verschiedenen Elementproben zur Bestimmung der Abhängigkeiten der Ausbeuten der Sekundär- und Rückstreuelektronen. Der Pfeil markiert die durchgehende Bohrung zur Messung des Stroms der Primärelektronen.

Wählen Sie die Helligkeits- und Kontrasteinstellungen des SE-Detektors so, dass alle Elementproben ohne Über- oder Untersteuerung des Detektors abgebildet werden, und bestimmen Sie die Zählraten für mehrere Elemente. Wiederholen Sie die Messung mit dem RE-Detektor. Bestimmen Sie die Zählraten beider Detektoren an einer Probe, wobei Sie den Kippwinkel zwischen 0 und 45° variieren. Achten Sie auch hierbei auf geeignete Detektoreinstellungen. Berechnen Sie die Ausbeuten der SE und der RE und vergleichen Sie die Ergebnisse mit Ihren Erwartungen.

#### Zu Aufgabe 2

Für die EBIC-Messung muss die jeweilige Probe mit zwei im REM vorhandenen Kontakten verbunden werden; hierzu bitte den/die Betreuer/in hinzuziehen. Der EBIC-Verstärker muss vor Einschalten des REM angeschlossen werden (inkl. Stromversorgung). Dazu ist das EBIC-Signal vom REM an den entsprechenden Eingang anzulegen und der Ausgang VIDEO OUT mit dem Videokanal 3 des Messrechners zu verbinden.

Abbildung 13 zeigt die Bedienelemente des EBIC-Verstärkers. Bei niedrigen Beschleunigungsspannungen wird ein niedriger Offset und ein hoher Verstärkungsfaktor benötigt. Es ist darauf zu achten, dass die Einstellungen insbesondere bei der Untersuchung der Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung während des Experiments nicht verändert werden, da sonst ein Vergleich nicht mehr möglich ist. Das Signal darf dabei weder auf null fallen, noch in die Sättigung gehen. Falls das Signal sättigt, können die Ergebnisse nur bis zum Eintreten der Sättigung ausgewertet werden. Gewöhnlich wird der EBIC gegen Ground (Einstellung GND) gemessen, allerdings kann die Probe auch vorgespannt werden (Einstellung BIAS). Die Einstellung IDirect zur direkten Messung des erzeugten Stroms kann derzeit nicht benutzt werden.



**Abb. 13:** EBIC Verstärker mit den Möglichkeiten zur Einstellung von Verstärkungsfaktor (V/A, gain), Zeitkonstante (T) und Offset (-1 V ... +1V). In der Einstellung BIAS kann mit U<sub>BIAS</sub> die Probe zwischen -5V und +5V vorgespannt werden. Mit Invert wird die Farbskala des EBIC-Bildes invertiert.

Es soll ein exemplarisches Halbleiterbauelement abgebildet werden, z. B. die Oberfläche eines Leistungstransistors (vgl. Abbildung 4). Zum Vergleich sind Sekundär- und Rückstreuelektronenbilder bei hoher Vergrößerung und maximal geöffneter Aperturblende aufzunehmen.

Analysieren Sie die Bilder mit dem Programm ImageJ. Drehen Sie zuvor das Bild in die optimale Position. Führen Sie an die kleinsten Strukturen, die Sie im Bild finden (Übergänge zwischen Bereichen unterschiedlicher Dotierung) Line-Scans durch. Nutzen Sie die Funktion zur Aufsummierung vieler Line-Scans, um das Signal/Rausch-Verhältnis zu verbessern. Ermitteln Sie die Breite der Strukturen in den verschiedenen Bildern als FWHM (full width at half maximum) eines Fits mit einer Gauß-Funktion und vergleichen Sie die erreichten Auflösungen. Erläutern Sie, wodurch der Kontrast in den mit verschiedenen Methoden aufgenommenen Bildern zustande kommt.

# Zu Aufgabe 3

Zu untersuchen ist eine querschnittspräparierte Siliziumdiode. Um eine Kontamination der Oberfläche zu vermeiden, wird die Probe in einer Flasche mit Argon-Atmosphäre aufbewahrt. Unmittelbar nach Versuchsdurchführung muss die Probe wieder in der Flasche, die zuvor mit Argon gespült wird, verschlossen werden. Für die Kontaktierung wird eine spezielle Halterung verwendet; ziehen Sie auch hier den/die Betreuer/in hinzu.

Nehmen Sie EBIC-Bilder des Diodenquerschnitts bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen auf und tragen Sie das EBIC-Signal an einem festen Punkt in der Raumladungszone gegen die Leistung des Primärelektronenstroms auf. Schätzen Sie die Generationsrate der Elektronen-Loch-Paare sowie die Eindringtiefe der Primärelektronen als Maß für die Größe der Wechselwirkungsbirne ab. Diskutieren Sie die experimentellen Resultate unter Berücksichtigung der Berechnungsergebnisse.

# Zu Aufgabe 4

An der querschnittspräparierten Diode soll die Verbreiterung der Raumladungszone bei Anlegen einer Sperrspannung untersucht werden. Hierzu muss der Bereich der Raumladungszone möglichst stark vergrößert werden (idealerweise etwa 5000x). Variieren Sie die Vorspannung zwischen -1 V und -5 V (Messung mit einem Multimeter am EBIC-Verstärker) bei Beschleunigungsspannungen von 5 kV und 20 kV.

Die aufgenommenen EBIC-Bilder sind wieder per Line-Scan in ImageJ auszuwerten. Führen Sie in hinreichendem Abstand vom p-n-Übergang einen Fit mit einer monoexponentiellen Funktion mit konstantem Untergrund durch, um die Diffusionslänge zu bestimmen.