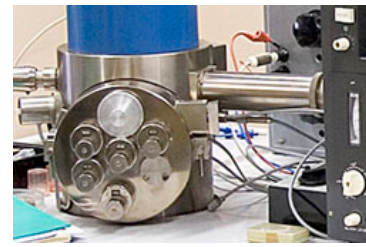




Martin-Luther-Universität
Halle-Wittenberg
FB Physik

Fortgeschrittenen- Praktikum



Versuch 17: Rasterelektronenmikroskop

Hinweise & Auswertung

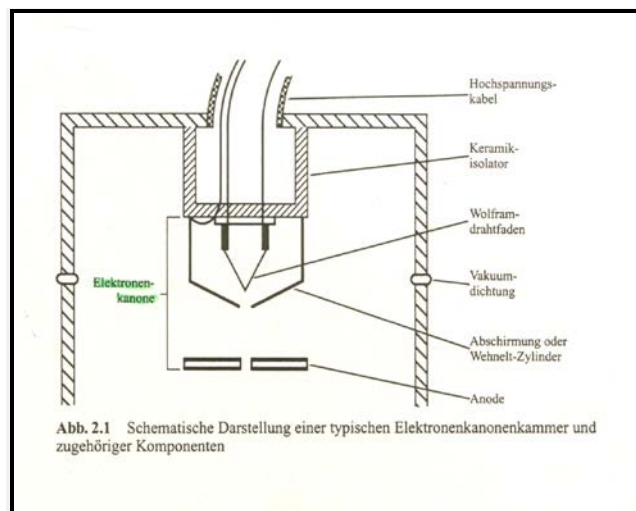
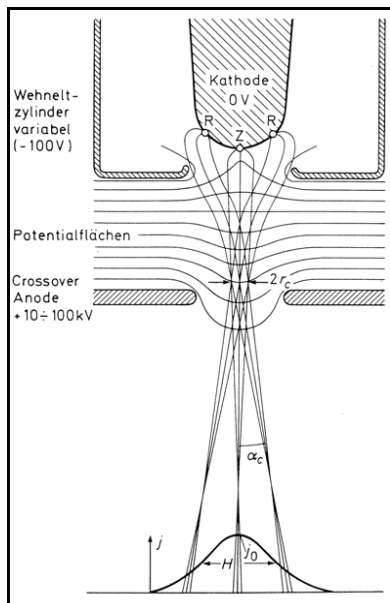
Unterschiede Licht- und Elektronenmikroskop.

- ✓ Wellenlänge: Licht im Bereich 400..700 nm. e^- im Bereich 0,001..0,01 nm
- ✓ Umgebung: e^- werden in Luft oder Gasen ganz allgemein viel stärker gestreut, weshalb Elektronenmikroskope mit Vakuum betrieben werden müssen.
- ✓ Ladung: Dadurch ist eine Ablenkung der Elektronen im elektrischen bzw. magnetischen Feld möglich.

Erzeugung des Elektronenstrahls.

Wolfram-Haarnadelkathode

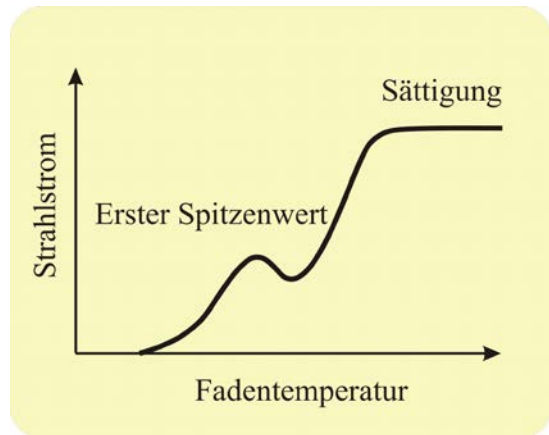
Die Elektronenkanone besteht aus Kathode (Wolframdraht, LaB_6 , FE-Katode),



Wehnelt und Anode. Die Wolfram-Haarnadelkathode besteht aus einem gebogenen Wolframdraht, der auf einem Keramiksockel zentriert angebracht ist. Die Elektronen werden thermionisch durch einen Heizstrom erzeugt. Bei Temperaturen zwischen 2700 – 2800 K haben die Elektronen

eine so hohe Energie, dass sie die Austrittsarbeit (4,5 eV) überwinden können. Zwischen Kathode und Anode liegt eine Hochspannung von 1 bis 30 kV an, der Wehnelt ist etwas negativer als die Kathode. Dadurch wird der austretende Strahl geformt und kreuzt vor der

Anode. Damit wird eine virtuelle Quelle (Crossover) definiert, die die Qualität des Elektronenstrahls vorgibt (ca. 20 – 50 μm). In der Abbildung ist der typische Verlauf des Strahlstroms von der Fadentemperatur dargestellt. Der erste Spitzenwert entsteht durch fehlerhafte Stellen an der Seite des W-Drahtes. Die Sättigung stammt aus der Spitze des W-Drahtes. Optimal wird die Kathode im Anfangsbereich des W-Drahtes betrieben, denn je höher man die Betriebstemperatur wählt desto geringer ist die Lebensdauer. Die absolute Höhe des Strahlstroms hängt auch mit der Position der Kathodenspitze relativ zur Wehneltöffnung zusammen, d.h. man kann durch eine geschickte Wahl des Abstandes die Lebensdauer der Kathode beeinflussen.

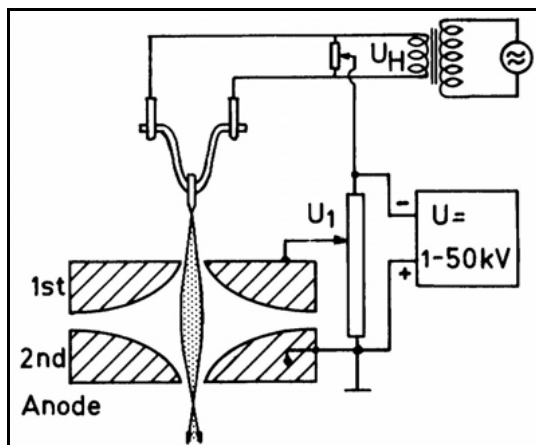


LaB₆-Kathode

LaB₆-Kathoden bestehen aus kleinen LaB₆-Einkristallen. Der Widerstand ist sehr hoch, weshalb diese Kathoden indirekt geheizt werden. Der Vorteil der LaB₆-kathoden liegt in der geringeren Austrittsarbeit (2,7 eV) und dem damit 10 mal höheren Richtstrahlwert. Der höhere Richtstrahlwert erlaubt kleinere Strahldurchmesser (10 – 20 μm), so dass das Auflösungsvermögen wesentlich besser ist. Mitunter verwendet man auch CeB₆-Einkristalle. Die Austrittsarbeit (2,4 eV) ist nur unwesentlich geringer, so dass man vergleichbare Parameter hat, aber die Abdampfrate von Ce ist wesentlich geringer. Damit ergeben sich rein praktische Vorteile, Lebensdauer beträgt 5000 h, Wehnelt muss nicht so oft gereinigt werden, CeB₆-Kathoden sind auch resistenter gegenüber Sauerstoff und Kohlenstoff.

Feldemissionskathode

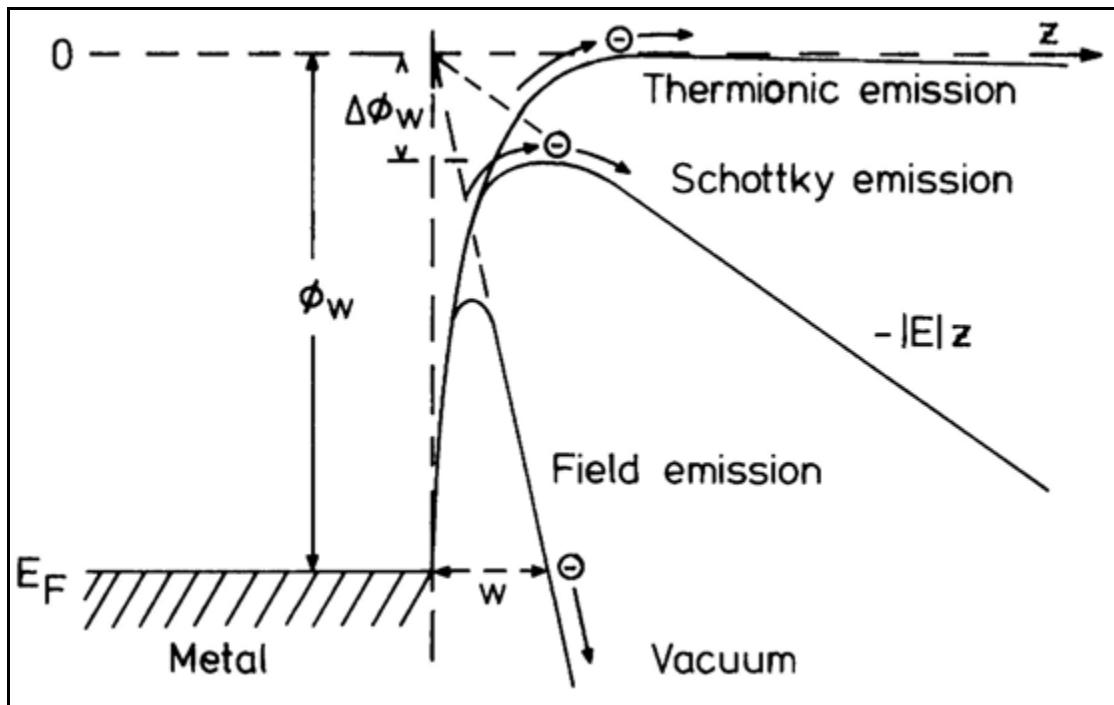
Unter Feldemission versteht man die Emission von Elektronen aus einem Metall unter der Wirkung eines elektrischen Feldes. Eine ausreichend hohe Feldstärke verringert die Potentialschwelle für den Austritt der Elektronen und diese können dann über den Tunneleffekt das Metall verlassen. Erfolgt die Feldemission bei Raumtemperatur, so spricht man von Cold Field Emission (CFE). Für die kalte Feldemission benötigt man Felder in der Größenordnung



von $5 \cdot 10^7$ V/cm. Das erreicht man dadurch, dass auf einen gebogenen W-Draht ein W-Einkristall aufgesetzt wird, dessen Spitze einen Krümmungsradius von 0,1 μm und der eine [310]-Orientierung hat. Das System zur Erzeugung des Elektronenstrahls besteht aus Feldemissionskathode und 2 Anoden (siehe Abbildung). Die Spannung U₁ (0..6 keV) erzeugt das notwendige Elektrische Feld für die Emission und die Spannung U beschleunigt die Elektronen. Der Vorteil der FEG (Field Emission Gun) liegt in dem hohen Richtstrahlwert, so dass auch bei kleinsten Strahldurchmessern bzw. bei niedrigen

Beschleunigungsspannungen noch rauscharme Abbildungen möglich sind. Für den Betrieb ist aber ein extrem gutes Vakuum notwendig.

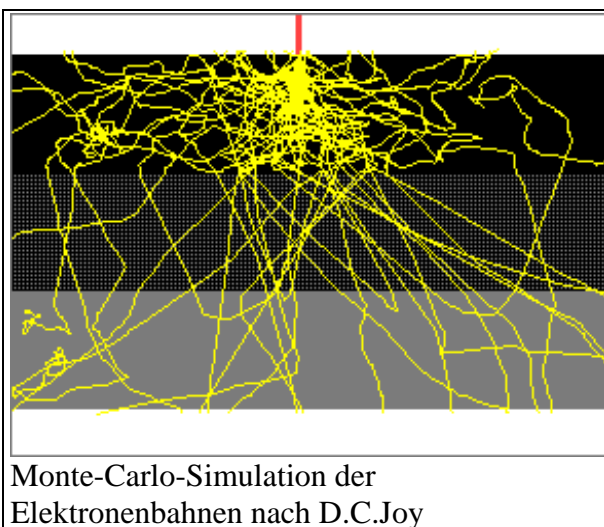
Wird die Feldemissionskathode nicht bei Raumtemperatur sondern bei 1800 K betrieben,



spricht man von Thermic Field Emission (TFE)-Kathoden, so genannte Schottky-Kathoden bzw. ZrO/W-Kathode. Der Aufbau entspricht dem der CFE-Kathode. Auf einen W-Draht wird eine [100]-W-Einkristallspitze aufgebracht, die auf einen Krümmungsradius von 1 μm angeätzt wird (10fach) gegenüber CFE). Bei diesem Krümmungsradius reichen 8 kV nicht aus, um Elektronen zu emittieren, deshalb wird die Spitze mit ZrO bedampft, um die Austrittsarbeit auf 2,8 eV zu erniedrigen. Außerdem wird durch die Bedampfung die Emission auf die Spitze beschränkt. Ein wesentlicher Unterschied zur CFE ist die höhere Stabilität des Strahlstromes.

Wechselwirkung Elektronen-Materie (siehe Reimer)

Elastische und inelastische Streuprozesse führen zu zick-zack-Bahnen der Elektronen im Festkörper. Das geht so lange bis die Elektronen ihre Energie aufgebraucht haben bzw. sie den Festkörper als Rückstreu-elektronen wieder verlassen haben. Dabei unterscheidet sich die elastische Streuung erheblich von dem, was man mit der (klassischen) Rutherfordschen Streuformel allgemein beschreibt, und man muss die (quantenmechanische) Mottsche Streuformel benutzen, um diese Prozesse detaillierter zu beschreiben. In der Quantenmechanik ist es so, dass es zu einer Phasenverschiebung der einfallenden, ebenen Elektronenwelle durch die Streuung am Atom kommt. Die Wellenfront hinter dem Atom ist stark gestört. Das sich



Monte-Carlo-Simulation der Elektronenbahnen nach D.C.Joy

ergebende asymptotische Wellenfeld kann als Summe eines ebenen und eines sphärischen Wellenfeldes als Funktion des Streuwinkels beschrieben werden. Für die charakteristische Röntgenstrahlung ist der Ionisationsquerschnitt der inneren Schalen wichtig, außerdem muss man Mehrfachstreuungsprozesse berücksichtigen. Die Beschreibung der Elektronendiffusion ist ein sehr komplexer Prozess und wird mit Hilfe von Monte-Carlo-Simulationen durchgeführt. Betrachtet man nur den Einfluss des inelastischen Energieverlusts, so kann man die Bethe-Formel benutzen, ohne die Vorgänge im Detail zu kennen.

Elastische Streuung

An der klassischen Rutherford'schen Streuformel lässt sich am besten verstehen, was man unter elastische Streuung versteht. Das Elektron wird im Coulomb-Feld der Atomkerne abgelenkt. Die Abschirmung wird vernachlässigt und die Atomkerne befinden sich in Ruhe. Der Stoßparameter b gibt den Abstand des Elektrons vom Atomkern an. Der *differentielle Rutherford'sche Streuquerschnitt* ist gegeben durch:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^4} \frac{1}{\sin^4(\theta/2)}, \text{ bei } \theta \rightarrow 0 \text{ zeigt die Gleichung eine Singularität. Kleiner}$$

Winkel entspricht großem Stoßparameter, also großem Abstand des Elektrons vom Atomkern und die Singularität (unendlicher Streuquerschnitt!) ist eine Folge der langen Reichweite des Coulomb-Feldes bei vernachlässigter Abschirmung.

Berücksichtigt man die Abschirmung des Atomkerns durch die Elektronenhülle und den Spin der einfallenden Elektronen, so ist eine quantenmechanische Behandlung der Streuung erforderlich. Bei hohen Energien der Elektronen muss außerdem die relativistische Masse eingesetzt werden.

Die Schrödinger-Gleichung beschreibt die räumliche und die zeitliche Entwicklung eines quantenmechanischen Systems, also in unserem Fall das einfallende Elektron in Wechselwirkung mit dem Festkörper. Setzt man in diese Gleichung die relativistische Masse ein, so erhält man die Klein-Gordon-Gleichung. Dirac hatte die Idee, diese Gleichung in ein Produkt von zwei linearen Faktoren aufzuspalten und erhält als Lösung zwei linear unabhängige Lösungen, für Spin parallel und Spin antiparallel bezüglich der Bewegung des Elektrons. Diese Spin-Eigenfunktionen sind (obwohl in der Literatur oft behauptet) keine Folge der Linearisierung relativistischen Dirac-Gleichung, das funktioniert auch mit der „normalen“ Schrödinger-Gleichung.

Der Übergang von der klassischen zur Quantenmechanik geschieht in der Weise, dass man im Hamilton-Operator $H = (p^2/2m) + V$ die entsprechenden Operatoren $H = i\hbar\partial/\partial t$ bzw. $\vec{p} = -i\hbar\nabla$ einsetzt und diese Operatoren auf die Wellenfunktion $\Psi(\vec{r}, t)$ anwendet. Im Fall der Streuung des einfallenden Elektrons am Wasserstoffatom tauchen in der Schrödinger-Gleichung zwei Laplace-Operatoren (Elektron1 und Elektron2) und 3 Terme im Potenzial (Anziehung Elektron1, Anziehung Elektron2, Abstoßung der Elektronen) auf. Diese Gleichung kann mit Hilfe der Greenschen Funktion gelöst werden. Die Gleichung $(\nabla^2 + 4\pi^2 k_0^2)G(r) = 4\pi\delta(r)$ beschreibt die elastische Streuung an einer Punktquelle, dargestellt durch die Delta-Funktion. Die Abschirmung ist bei dieser Behandlung schon vom Ansatz her enthalten. Für den differentiellen Wirkungsquerschnitt erhält man mit einigen Näherungen (siehe Reimer

Kapitel 3):
$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^4} \frac{1}{(\sin^2(\theta/2) + \sin^2(\theta_0/2))^2}, \text{ mit } \theta_0/2 = \lambda/4\pi R, \text{ dem so}$$

genannten Abschirmwinkel.

Den exakten Streuquerschnitt erhält man, wenn das Abschirmpotenzial in die relativistische oder in die Pauli-Dirac-Gleichung eingesetzt wird. Beide Gleichungen liefern annähernd die gleichen Ergebnisse, obwohl die letztere Gleichung exakter ist. Die Pauli-Dirac-Gleichung liefert zwei separate Lösungen für die beiden Spineinstellungen. Die so genannte Spin-Flip-Amplitude berücksichtigt, dass nach dem Streuakt auch die andere Spineinstellung möglich ist. Sie ist nicht nur vom Streuwinkel, sondern auch vom Azimut abhängig. Ist der Elektronenstrahl unpolarisiert, so reduziert sich das Ganze auf die Mottsche Streuformel, die nicht vom Azimut abhängig ist. Da die Mottsche Streuformel keine analytische Lösung liefert ist sie tabelliert. Für kleine Kernladungszahlen, hohe Energien und große Streuwinkel ist das Verhältnis zwischen Mottscher und Rutherford'scher Streuformel etwa 1, wohingegen bei kleinen Energien und hohen Ordnungszahlen es zu erheblichen Abweichungen kommt.

Inelastische Streuung

Da die Masse der Elektronen soviel kleiner ist als die der Atome, kann der Energieverlust der Elektronen und damit der Energietransfer auf die Atome bei der elastischen Streuung vernachlässigt werden. Bei 30 keV liegt der Energietransfer im Bereich von 1 eV, dagegen ist die Wahrscheinlichkeit für einen Energietransfer von 5 eV während eines inelastischen Prozesses weitaus höher. Inelastische Streuung ist eine Wechselwirkung zwischen den einfallenden Elektronen und dem Jellium (als Jellium bezeichnet man ein fiktives Metall, das aus gleichmäßig verteilten positiven Atomkernen und den kompensierenden negativen Ladungen der Atomrümpfe besteht, jelly=Gelee). Die Wechselwirkung findet also mit Elektronen im Valenz- bzw. Leitungsband statt. Im Wesentlichen sind es drei Anregungsprozesse.

- Plasmonenanregung und inter- bzw. intra-Bandübergänge. Plasmonen sind kollektive Ladungsdichtewellen der Valenz- bzw. Leitungsbandelektronen. Diese Prozesse finden bei einem Energietransfer im Bereich von 0-50 eV und bei Streuwinkeln kleiner 10 mrad statt.
- Elektron-Elektron-Stoß kann als quasi frei behandelt werden, wenn die Bindungsenergie des Atomelektrons viel kleiner ist als die übertragene Energie, auch Compton-Streuung genannt. Der Energieverlust hat sein Maximum bei $E/2$ und die Streuwinkel liegen im Bereich von 0° bis 90° .
- Ionisation der inneren Schalen mit einem angeregten Zustand oberhalb der Fermi-Energie. Hier liegt der Energieverlust in einem Bereich von 110 eV bis 80 keV.

All diese Wechselwirkungen führen zu Elektronenverlusten, die im EELS(electron energy loss spectra) zu sehen sind.

Mehrfachstreuungsprozesse

Einfachstreuungsprozesse lassen sich nur bei verdünnten Gasproben realisieren, selbst bei dünnen Targets begegnen wir Mehrfachprozessen. Für die Beschreibung von Mehrfachstreuung ist die mittlere freie Weglänge eine wichtige Größe. Die gesamte freie Weglänge erhält man, indem man die Streuquerschnitte der einzelnen Streuungsprozesse aufsummiert. $1/\Lambda = N\sigma$.

Diffusion der Elektronen

Beim Eintritt der Primärelektronen in das Target beschreiben diese eine zick-zack-Bahn. Um einen analytischen Ausdruck für den Rückstreukoeffizienten zu erhalten wurden verschiedene Diffusionsmodelle entwickelt.

- Everhart's Einfachstreuungsmodell mit folgenden Annahmen

- Elektronenenergie sinkt mit zunehmender Tiefe
- Intensität des Primärstrahls sinkt mit zunehmender Tiefe
- Elektronen werden nur durch Einfachstreuung mit einem Winkel $> 90^\circ$ rückgestreut
- Archard's Punktquellen-Diffusionsmodell
 - Bei einer bestimmten Tiefe setzt isotrope Diffusion mit Mehrfachstreuung ein
- Thümmel's kontinuierliches Diffusionsmodell
- Bei diesem Modell wird eine kontinuierliche Tiefenverteilung der Diffusionsquelle angenommen
- Kombination von Einfachstreuung und Diffusionsmodell
- Hier erhält man die relative Wichtung der beiden Anteile durch einen Fit an die experimentellen Ergebnisse, siehe z.B. Niedrig.

Bei der Monte-Carlo-Simulation wird eine Vielzahl von Elektronenbahnen simuliert, wobei die Streuparameter jeweils mit Hilfe von Zufallszahlen bestimmt werden. Der Vorteil dieses Modells ist, dass auch Größen in die Rechnung eingehen, die einer Messung nicht zugänglich sind.

Shimizu verwendet drei Energieverlustmechanismen und vernachlässigt einen kontinuierlichen Verlust vollständig.

- Anregung der inneren Schalen mit dem Streuquerschnitt von Gryzinski
- Plasmonenanregung mit einer mittleren freien Weglänge von Quinn
- Anregung der Leitungsbandelektronen mit dem Streuquerschnitt von Streitwolf

Probenerwärmung und -schädigung

Ein Elektronenstrahl mit einer Energie von 20 keV und 10^{-9} A erreicht eine Leistung von 20 μ W. Immerhin werden 40-80 % dieser Leistung in Wärme umgesetzt. Der Rest verlässt die Probe in Form irgendeiner Strahlung.

Aufladung von nicht leitenden Proben

Das können aber auch Aufladungen an Schmutzpartikeln auf der Probe sein. Dies führt zu elektrischen Feldern auf der Oberfläche und demzufolge zu unscharfen Bildern mit verändertem Kontrast. Abhilfe wird hier üblicherweise durch Bedampfung mit dünnen Metallfilmen geschaffen.

Kontamination

In jedem Vakuum sind Kohlenwasserstoffe vorhanden. Bei Verwendung von Turbomolekularpumpen ist es nur noch der Anteil der von der Vorpumpe herrührt. Bei der Elektronenbestrahlung werden die Kohlenwasserstoffe gekrackt und kohlenstoffreicher Film wächst auf der Probenoberfläche. Schon 10 nm Dicke erhält man die SE-Emission des Kohlenstoffs und die bestrahlte Fläche erscheint dunkler.

Kontamination lässt sich verhindern durch:

- Verwendung von Diffusionspumpenöl mit niedrigem Dampfdruck oder Turbomolekularpumpen.
- Verringerung des Partialdrucks der Kohlenwasserstoffe durch Kühlfallen.

- Reinigung der Probenoberfläche mit Methan oder mit einem Ionenstrahl. Abhilfe kann auch geschaffen werden durch Spülen der Probe mit Stickstoff oder Argon während der Untersuchung.

Emission der Rückstreu- und Sekundärelektronen

Rückstreuelektronen (RE) und Sekundärelektronen (SE) sind die wichtigsten Signale für die Bildaufzeichnung. Für die Interpretation der Bildkontraste ist es bedeutend, dass man die Abhängigkeit des Rückstreuoeffizienten bzw. der Sekundärelektronenausbeute von der Probenneigung, dem Material und der Elektronenenergie sowie deren Winkel- und Energieverteilung kennt.

Rückstreuelektronen

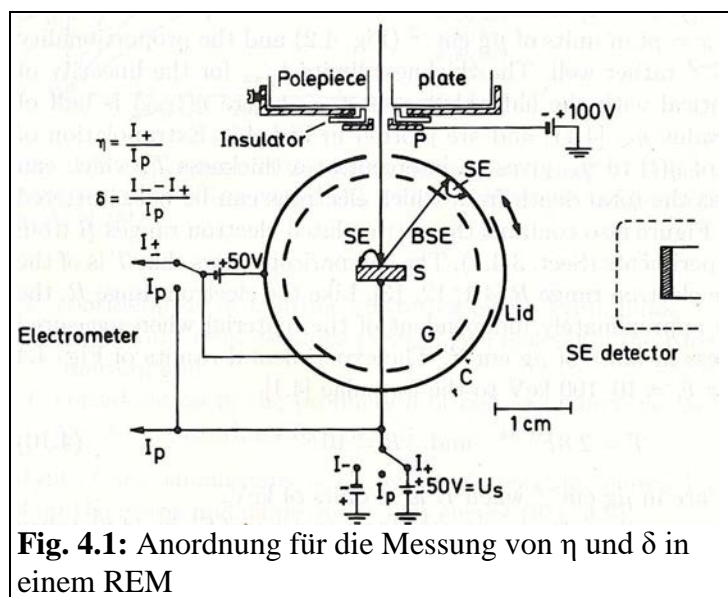
Messung des Rückstreuoeffizienten und der Sekundärelektronenausbeute

Alle Elektronen mit Austrittsenergien > 50 eV werden RE und alle mit Energie darunter SE genannt. Die Kenntnis über die Rückstreuung erfordert, dass man die Wahrscheinlichkeit $d^2\eta(E, \varphi, \zeta, \chi, E_B)/dE_B d\Omega$ ein Elektron im Energieintervall dE_B , im Raumwinkel $d\Omega$ mit einem Austrittswinkel ζ und einem Azimut χ zu finden, kennt, φ ist der Winkel zwischen Elektronenstrahl und Oberflächennormale.

der Rückstreuoeffizient η kann mit einer Vorrichtung gemessen werden, die alle Elektronen in der oberen Halbkugel mit Austrittsenergien > 50 eV einsammelt. Gleiches gilt für die Sekundärelektronenausbeute δ . Für die Gesamtausbeute gilt: $\sigma = \delta + \eta = (I_{BSE} + I_{SE})/I_p$.

Ein REM ist im Allgemeinen nicht dafür ausgerüstet, δ und η exakt zu bestimmen. Dafür sind folgende Anforderungen notwendig:

- Ein Gegenfeld, um SE mit Energien < 50 eV von den RE zu trennen.
- Ein Kollektor mit niedrigem η um Mehrfachrückstreuung zu verhindern.
- Ein Gitter vor dem Kollektor, um zu verhindern, dass SE, die von den RE erzeugt wurden, wieder zur Probe zurück fliegen.
- Die Probe sollte viel kleiner sein als der Kollektor, so dass RE vom Kollektor nicht zur Probe gelangen können.
- Eine kleine, negativ vorgespannte Blende vor der Probe, um mehrfach rückgestreute Elektronen aus der Säule zurück zu halten.



Die in der Abbildung gezeigte Anordnung erfüllt die oben genannten Anforderungen. Zur Messung der RE wird an die Probe eine Spannung von $+50$ V angelegt, bei einer Spannung von

-50 V werden die RE und SE registriert. Verbindet man die Probe und den Kollektor, so wird der gesamte Primärelektronenstrom gemessen. Mit Hilfe des Lids an der Seite kann man die Probe mit dem SE-Detektor beobachten.

Rückstreuung für Energien oberhalb von 5 keV

Für die experimentellen Ergebnisse wurden verschiedene empirische Formeln gefunden.

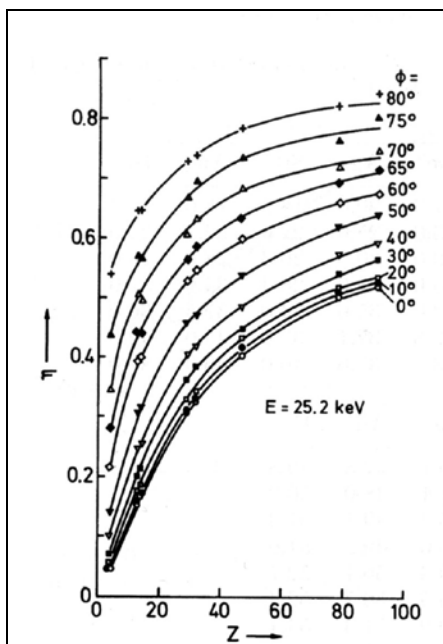


Fig. 4.7: Anstieg von η als Funktion von Z bei unterschiedlichen Neigungen.

$$\eta(Z, \varphi) = (1 + \cos \varphi)^{-9/\sqrt{Z}}$$

Eine andere Formel lautet:

$$\eta(Z, \varphi) = \eta_0 \exp[\gamma l(1 - \cos \varphi)],$$

mit $\eta_0 = \eta(Z, 0)$, γ ist ein Absorptionskoeffizient, l ist ein Diffusionsbereich.

Messungen bei senkrechtem Einfall können auch mit der

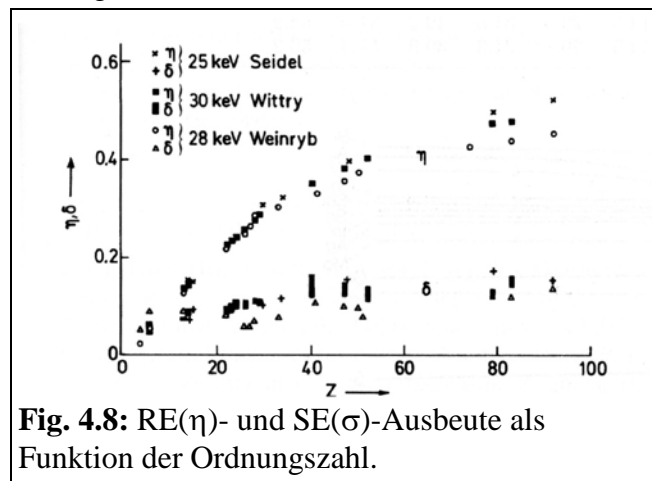


Fig. 4.8: RE(η)- und SE(σ)-Ausbeute als Funktion der Ordnungszahl.

folgenden Formel angefitet werden:

$$\eta = -0,0254 + 0,016Z - 1,86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} Z^3$$

Rückstreuung für Energien unterhalb von 5 keV

Im Bereich von 5-100 keV ist der Rückstreuoeffizient nahezu unabhängig von der Energie der Primärelektronen. Unterhalb von 5 keV beobachtet man, dass η für kleine Z mit steigender Energie sinkt, für hohe Z jedoch mit steigender Energie ansteigt.

Die Abhängigkeit von Z zeigt auch nicht den bei höheren Energien beobachteten Anstieg von η bei steigendem Z .

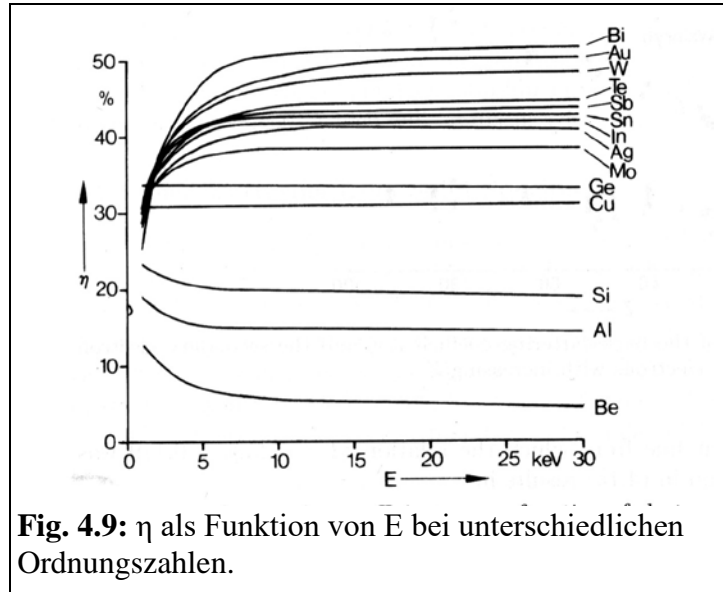


Fig. 4.9: η als Funktion von E bei unterschiedlichen Ordnungszahlen.

Winkelverteilung der rückgestreuten Elektronen

Bei senkrechtem Einfall des Elektronenstrahls auf die Probe entspricht die Winkelverteilung

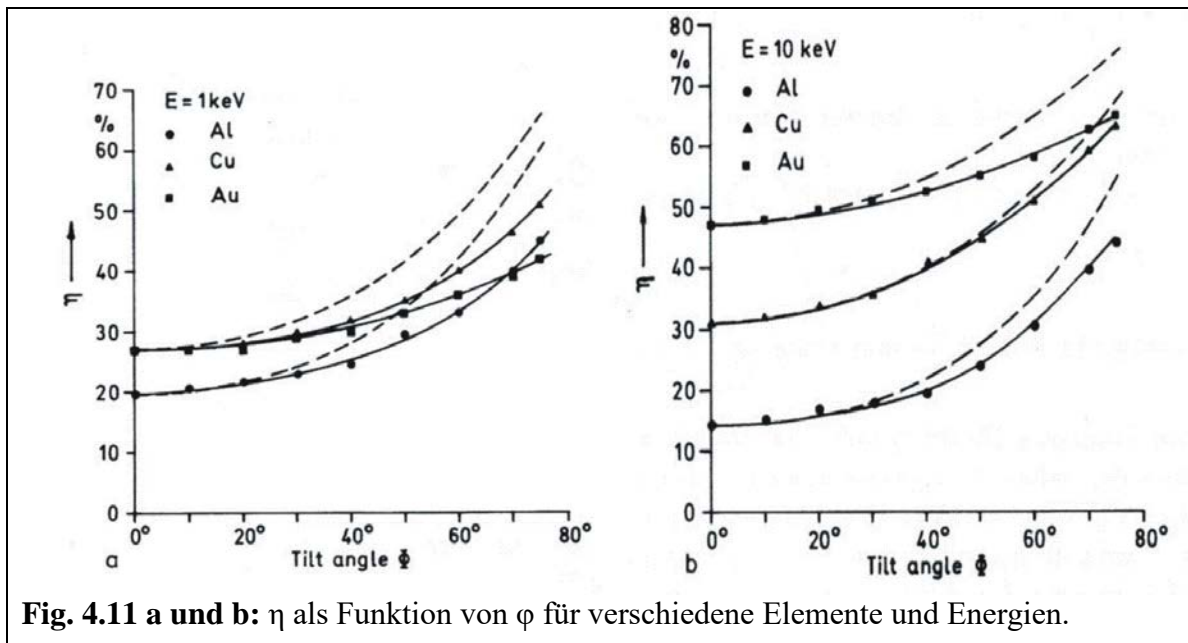


Fig. 4.11 a und b: η als Funktion von ϕ für verschiedene Elemente und Energien.

dem Kosinus-Gesetz von Lambert.

Energieverteilung der rückgestreuten Elektronen

Das Energiespektrum besteht aus einem elastisch gestreuten Peak bei der Primärenergie und einem breiten Maximum, das sich von der Primärenergie bis zu sehr geringen Energien hin erstreckt, und dort schon mit den Augerelektronen bzw. mit den SE überlappt. Bei geringen Ordnungszahlen verschiebt sich das breite Maximum zu geringeren Energien, siehe dazu Reimer Abb. 4.13.

Das RE-Spektrum von Schichtstrukturen kann genutzt werden, um die Dicke der Schicht zu analysieren. Wenn eine Al-Schicht der Dicke t auf einem Au-Substrat aufgebracht ist, dann werden die Elektronen mit einer Energie nahe der Primärenergie von der Al-Schicht mit geringerer Intensität rückgestreut als von einer reinen Au-Schicht. Die Primärelektronen erreichen die Au-Schicht mit einer mittleren Energie $E_m(t)$, werden an der Au-Schicht mit höherer Wahrscheinlichkeit rückgestreut und verlassen die Probe mit einer Energie $E_m(2t)$. Das RE-Spektrum zeigt an dieser Stelle einen scharfen Peak. weniger

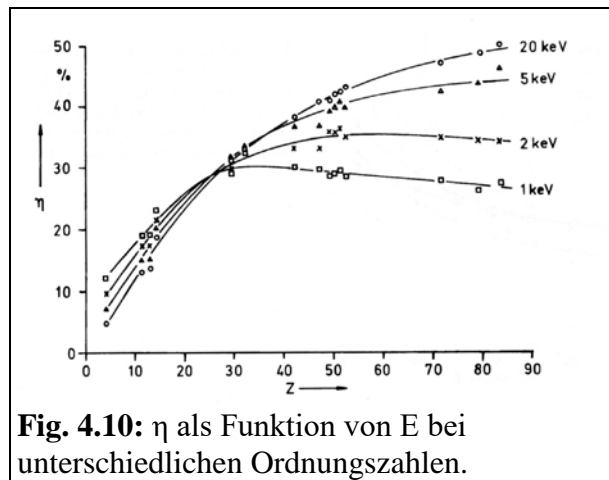


Fig. 4.10: η als Funktion von Z bei unterschiedlichen Ordnungszahlen.

Sekundärelektronen

Abhängigkeit der SE-Ausbeute von Strahl- und Probenparametern

Betrachtet man die Energieverteilung der SE, so stellt man fest, dass sie im Bereich von 1-5 eV ein Maximum haben.

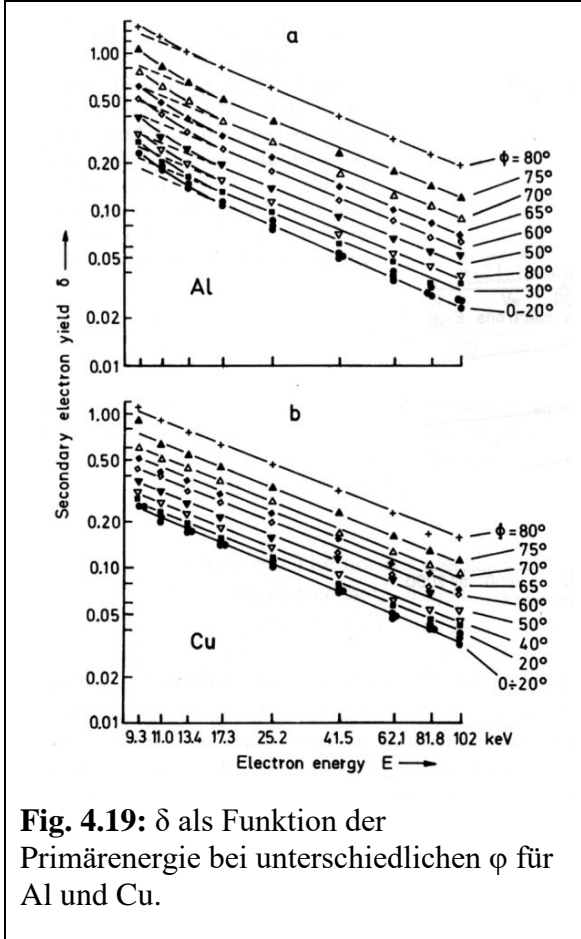


Fig. 4.19: δ als Funktion der Primärenergie bei unterschiedlichen ϕ für Al und Cu.

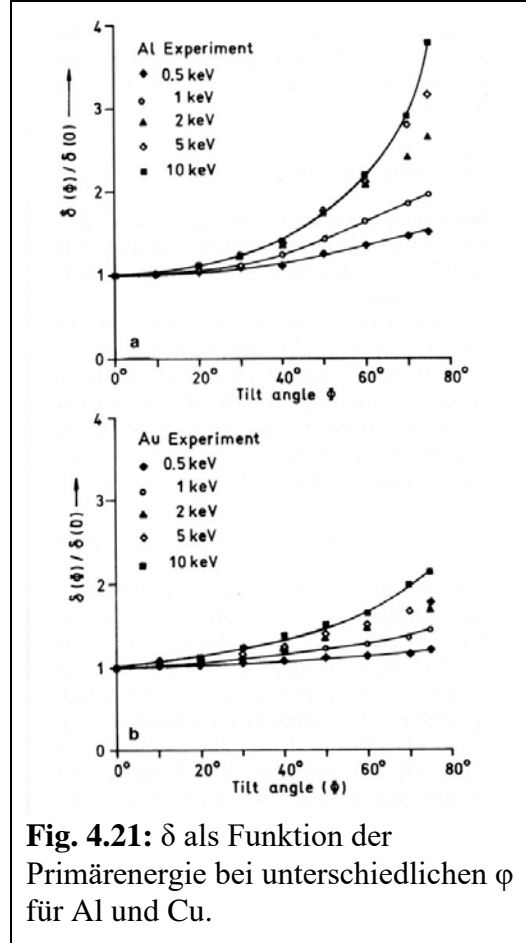


Fig. 4.21: δ als Funktion der Primärenergie bei unterschiedlichen ϕ für Al und Cu.

Die Abhängigkeit der SE-Ausbeute von der Energie der PE zeigt für Metalle ein Maximum im Bereich von 100-800 eV bzw. für Isolatoren im Bereich von 300-2000 eV. Jedoch sollten alle Messungen mit Vorsicht betrachtet werden, da die SE-Emission von drei Prozessen abhängt:

- Erzeugung der SE
- Streuung und Diffusion der SE
- Durchtritt durch die Oberflächenbarriere.

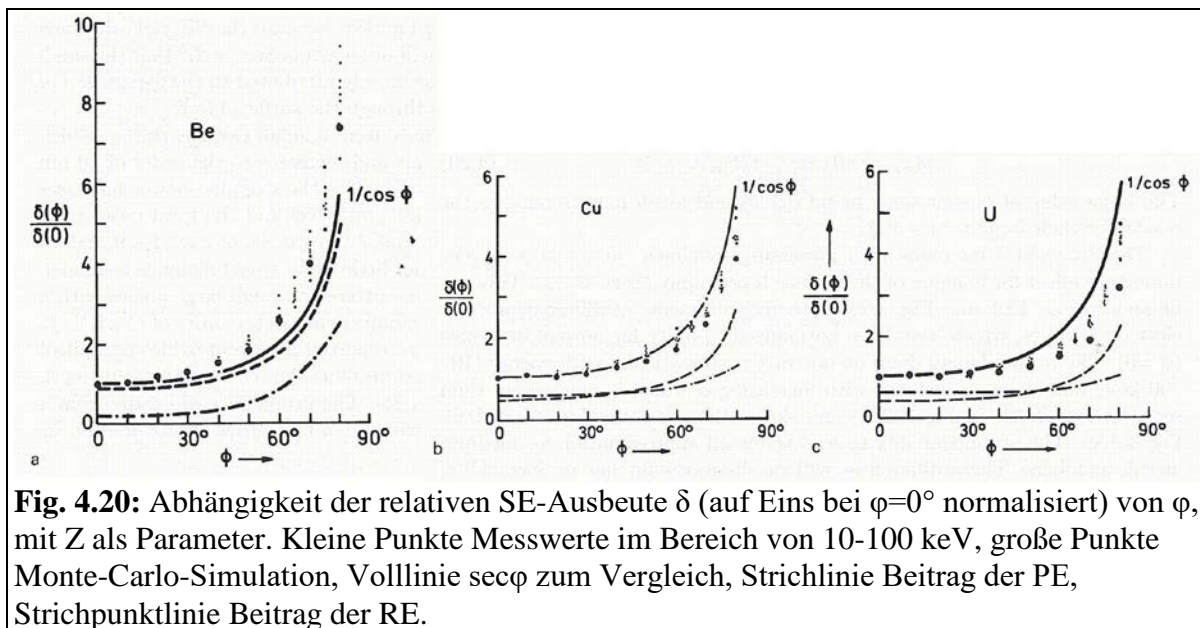


Fig. 4.20: Abhängigkeit der relativen SE-Ausbeute δ (auf Eins bei $\phi=0^\circ$ normalisiert) von ϕ , mit Z als Parameter. Kleine Punkte Messwerte im Bereich von 10-100 keV, große Punkte Monte-Carlo-Simulation, Volllinie $\sec\phi$ zum Vergleich, Strichlinie Beitrag der PE, Strichpunktlinie Beitrag der RE.

Messungen der SE-Ausbeute in Abhängigkeit von der Primärenergie zeigen eine Proportionalität entsprechend $\delta \propto E^{-0,8}$, wie in der Abbildung zu sehen ist.

Die SE-Ausbeute steigt mit steigendem Neigungswinkel φ . Interessant ist, dass die Messwerte für kleine Z stärker als $\sec\varphi$ und für hohe Z geringer als $\sec\varphi$ steigen. Für mittlere Z ist die $\sec\varphi$ -Funktion eine gute Näherung.

Physik der SE-Emission

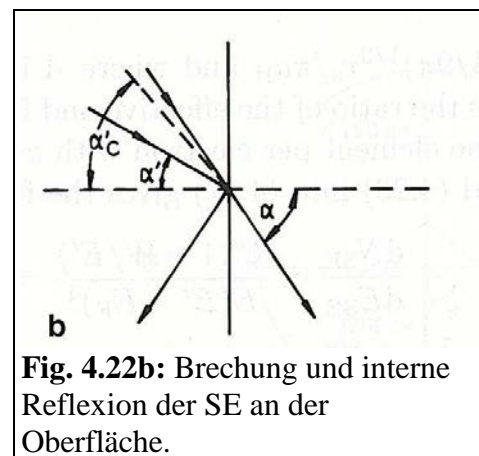
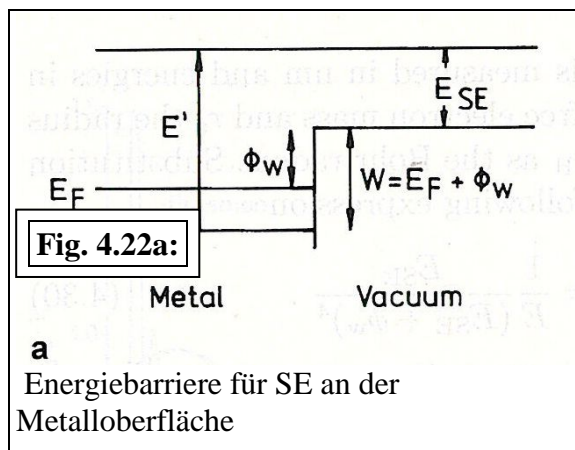
Zunächst diskutieren wir eine vereinfachende Theorie der SE-Emission für Elektronenenergien $E \geq 5\text{keV}$, die in der Lage ist, die meisten experimentellen Ergebnisse des letzten Abschnitts zu beschreiben. Weiterführende Ideen werden dann ausgeführt, die eine detailliertere Beschreibung des Elementarprozesses liefern.

Die einfachste Theorie nimmt an, dass die Erzeugung der SE pro Weglänge der PE proportional zur Bethe'schen Bremskraft $S = |dE_m/ds| \propto E^{-1} \ln(E/J)$ und konstant innerhalb der Austrittstiefe t_{SE} ist, die Austrittstiefe ist wesentlich kleiner als die Reichweite R . SE, die in einer Tiefe z unterhalb der Oberfläche erzeugt werden, können mit einer Wahrscheinlichkeit $p(z) = p(0)\exp(-z/t_{SE})$ aus der Probe austreten. Bei einem Neigungswinkel φ wird die Weglänge zwischen z und $z+dz$ zu $ds = dz \sec\varphi$ und die SE-Emission, die durch die PE hervorgerufen werden, ist gegeben durch

$$\delta = \frac{0,5}{\varepsilon} \left| \frac{dE_m}{ds} \right| \sec\varphi \int_0^\infty \exp(-z/t_{SE}) dz \propto E^{-0,8} \sec\varphi t_{SE},$$

wobei ε die mittlere Energie ist, die zur Erzeugung eines SE notwendig ist. Diese Gleichung beschreibt ziemlich gut die Abhängigkeit von δ vom Neigungswinkel φ und von der Energie der PE E (Abb. 4.19 und 4.20). Trägt man $E^{-1} \ln(E/J)$ gegen E in doppelt logarithmischem Maßstab im Energiebereich $E = 1-100\text{keV}$ auf, so wird die resultierende Kurve durch eine Gerade mit einem Anstieg von $-0,8$ beschrieben, die gut mit dem beobachteten Anstieg übereinstimmt (Abb. 4.17). Die beiden Parameter ε und t_{SE} können an die experimentellen Parameter angepasst werden, wenn man dieses Modell bei Monte-Carlo-Simulation verwendet, zum Beispiel D.C.Joy (J.Microsc.147, 51(1987)) und S.Luo (Scanning Microscopy 2, 1901(1988)). Mit diesem einfachen Modell wird auch der Beitrag der RE zu den SE im nächsten Abschnitt berechnet. Eine detailliertere Theorie schließt die Erzeugung von SE durch schnelle SE mit ein (Kotera: J.Appl.Phys. 65, 3991(1989)).

Wir diskutieren jetzt eine Theorie (Chung und Everhart (J. Appl. Phys. 45 (1974) 707)), die zu einer vernünftigen analytischen Funktion für die Energieverteilung der SE führt. Wir betrachten ein Elektron mit einer Energie E' oberhalb des Leitungsbandes. Nur Elektronen mit



Austrittsenergien $E_{SE} = E' - W > 0$ können die Austrittsarbeit Φ_w überwinden (Abb. 4.22a). Dieser Prozess muss quantenmechanisch als Streuung einer Elektronenwelle an einer Potenzialbarriere betrachtet werden und hat die Brechung und die interne Totalreflexion zur Folge (Abb. 4.22b). Der Einfallswinkel α' und der Brechungswinkel α stehen durch folgende Beziehung in Beziehung: $\cos^2 \alpha' = \frac{E_{SE} \cos^2 \alpha + W}{E_{SE} + W}$. Setzt man $\alpha = 90^\circ$ erhält man den

kritischen Winkel der internen Totalreflexion α'_c über $\cos^2 \alpha'_c = W / (E_{SE} + W) = W / E'$. Für $\alpha' < \alpha'_c$ ist die Wahrscheinlichkeit, die Oberflächenbarriere zu überwinden Eins und für $\alpha' > \alpha'_c$ null. Elektronen, die in einer Tiefe z mit einem Winkel α' angeregt werden, erreichen die Oberfläche ohne Kollision mit einer Wahrscheinlichkeit von $P(E', \alpha', z) = \exp[-z / \Lambda(E') \cos \alpha']$, wobei $\Lambda(E')$ die mittlere freie Weglänge für die Streuung eines Elektrons am Elektronengas des Festkörpers ist. Die Zahl der angeregten Elektronen im Intervall $E', E' + dE'$ ist gekennzeichnet durch $S(E', z)$ und wird in Einheiten von $cm^{-1} eV^{-1}$ gemessen. Nicht so wie in der unten noch zu besprechenden, ausführlicheren Theorie nehmen wir an, dass die Funktion $S(E', z)$ isotrop in α' ist. Das ausgesandte Energiespektrum ist dann gegeben durch

$$\frac{dN_{SE}}{dz} = \frac{1}{2} \int_0^{\alpha'_c} \int_0^\infty S(E', z) \exp[-z / \Lambda(E') \cos \alpha'] \sin \alpha' d\alpha' dz$$

Nimmt man an, dass $S(E', z)$ unabhängig von z ist, was bedeutet, dass sich die PE ohne merklichen Energieverlust entlang einer geraden Trajektorie von $\Lambda(E')$ bewegen können, und führt man die Integration über z und α' aus, so erhält man:

$$\frac{dN_{SE}}{dE'} = \frac{S(E') \Lambda(E')}{2} \int_0^{\alpha'_c} \sin \alpha' \cos \alpha' d\alpha' = \frac{S(E') \Lambda(E')}{4} (1 - W / E').$$

Die Berechnungen von Streitwolf (Ann.Phys. **3**, 183 (1959)) führen zu

$$S(E') = \frac{e^4 k_F^3}{3(4\pi\epsilon_0)^3} \frac{1}{E(E' - E_F)^2},$$

wobei k_F den Wellenvektor des Elektrons bei der Fermienergie E_F kennzeichnet, die Berechnungen von Quinn (Phys.Rev. **126**, 1453 (1962)) führen zu

$$\Lambda(E') = \frac{1,47(E_F \beta)^{3/2}}{(m^*/m)^{1/2} [\tan^{-1} \beta^{-1/2} + \beta^{1/2} / (1 + \beta)]} \frac{E'}{(E' - E_F)^2},$$

mit $\beta = (4/9\pi)^{1/3} r_s / \pi a_H$. Λ wird in nm und die Energien werden in eV gemessen, (m^*/m) ist das Verhältnis von effektiver und freier Elektronenmasse, r_s ist der Radius des Volumenelements pro Elektron mit dem Bohrschen Atomradius a_H . Setzt man die Gleichungen von Streitwolf und von Quinn in die Gleichung für $\frac{dN_{SE}}{dE'}$

ein, so erhält man folgenden Ausdruck

$$\frac{dN_{SE}}{dE'} \propto \frac{E'(1 - W / E')}{E(E' - E_F)^4} = \frac{1}{E} \frac{E_{SE}}{(E_{SE} + \Phi_w)^4}.$$

Mit dieser Formel berechnete Spektren und Messungen (schraffierter Bereich) sind in der

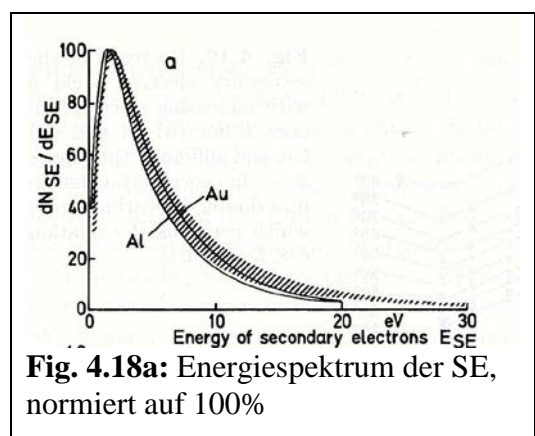


Fig. 4.18a: Energiespektrum der SE, normiert auf 100%

nebenstehenden Abbildung 4.18a zu sehen. Setzt man die Ableitung bezüglich E_{SE} gleich Null, erhält man die wahrscheinlichste Energie, $E_{p,SE} = \Phi_w / 3$

Eine genauere Beschreibung kann man herleiten, wenn man folgende drei Schritte betrachtet:

- Erzeugung von SE durch Anregung von Rumpf- und Leitungsbandelektronen und durch Zerfall von Plasmonen.
- Diffusion von heißen Elektronen durch elastische und inelastische Stöße.
- Austritt der SE durch die Oberflächenbarriere.

Solche Rechnungen wurden für Al durchgeführt, da ausreichend verlässliche Daten vorhanden sind, die Valenzelektronen sich wie fast freie Elektronen verhalten und es nur einen Plasmonenverlust bei $\Delta E = 15\text{eV}$ gibt.

Ohne ins Detail zu gehen, diskutieren wir den bedeutendsten Prozess, der für die 3 Schritte für die 2 keV PE ins Spiel kommt.

Die Elektronenkonfiguration für Al ist durch $1s^2 2s^2 2p^6$ gegeben. Der Beitrag der K-Schale kann wegen der geringen Ionisationswahrscheinlichkeit vernachlässigt werden, wir berücksichtigen nur die Anregung der L-Schale mit Bindungsenergien von 106 eV bzw. 61 eV relativ zur Leitungsbandunterkante. Die Anregungsfunktion der 2s und 2p

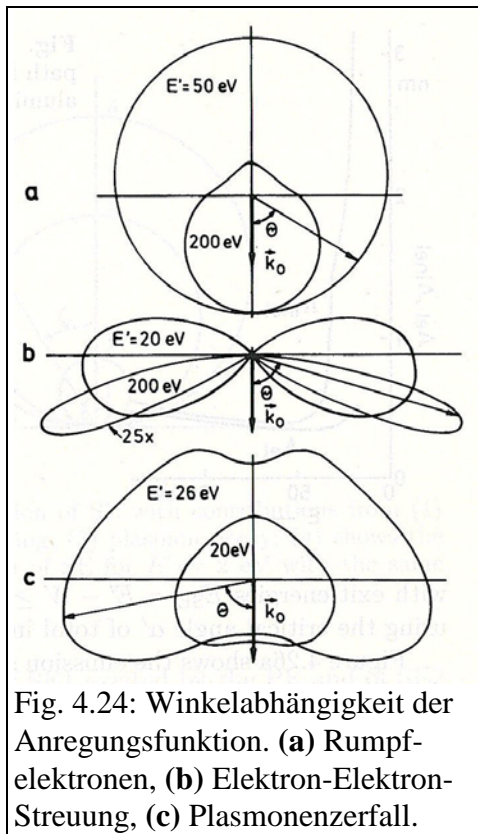


Fig. 4.24: Winkelabhängigkeit der Anregungsfunktion. (a) Rumpfelektronen, (b) Elektron-Elektron-Streuung, (c) Plasmonenzerfall.

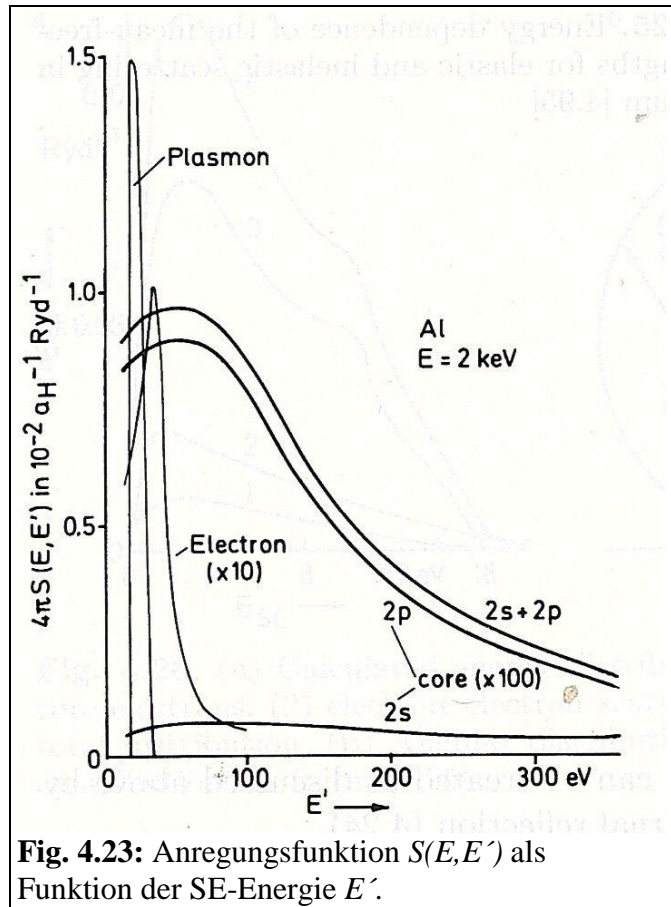


Fig. 4.23: Anregungsfunktion $S(E, E')$ als Funktion der SE-Energie E' .

Rumpfelektronen $4\pi S_c(E, E')$ ist in der Abbildung 4.23 dargestellt. Nur Elektronen mit einer Energie $E' \geq 16\text{ eV}$ (Vakuumniveau) können später die Austrittsarbeit überwinden und als SE ins Vakuum emittiert werden. Die Integration von $S_c(E, E')$ über E' liefert die mittlere freie Weglänge $\Lambda_c(E')$ für die

$$\text{Rumpfanregung: } \frac{1}{\Lambda_c(E')} = 4\pi \int_{E' \geq E_F} S_c(E, E') dE'$$

Für Energie $E=1; 1,5; \text{ und } 2\text{ keV}$ findet man Werte für $\Lambda_c(E') = 23,5; 28 \text{ bzw. } 32\text{ nm}$. Die Anregung der SE ist nicht isotrop, sondern wird durch die Darstellungen

in Polarkoordinaten gezeigt (\vec{k}_0 : Richtung der einfallenden Elektronen).

Eine dynamische Abschirmtheorie für die Elektron-Elektron-Streuung der Leitungsbandelektronen führt zu der dargestellten Anregungsfunktion $4\pi S_c(E, E')$; Beispiele für die Winkelcharakteristik sind ebenfalls dargestellt (Abbildung 4.24). Angeregte Plasmonen können zerfallen und ihre Energie auf die Leitungsbandelektronen nahe der Fermikante übertragen, die sich ergebende Funktion $4\pi S_{pl}(E, E')$ ist auch dargestellt, ebenso die entsprechende Winkelcharakteristik. Dieser Mechanismus gibt den größten Beitrag zur Anregung der SE in Al. Jedoch sind die Beiträge der Elektron-Elektron- und Rumpfanregung, die um einen Faktor von 10 bzw. 100 kleiner sind als der Plasmonenbeitrag, wegen der Ausdehnung von S_c und S_e bezüglich der Energie E' nicht zu vernachlässigen.

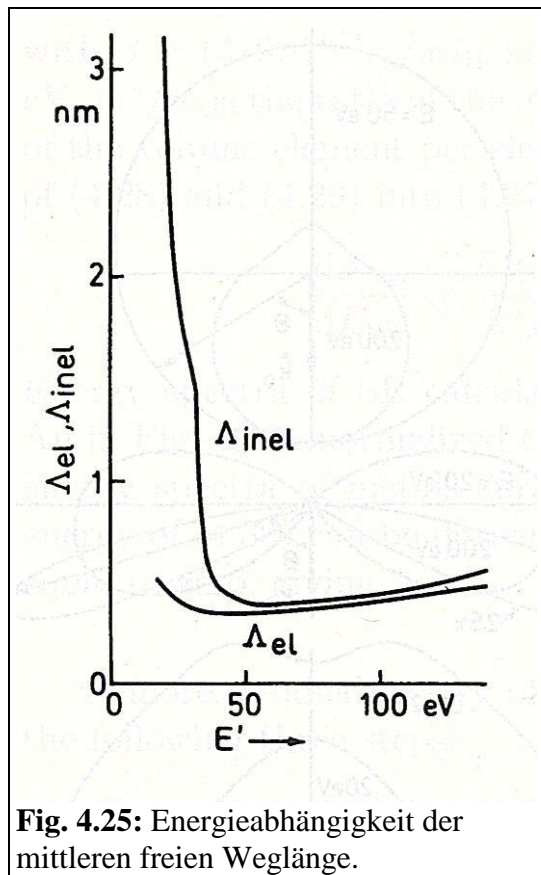


Fig. 4.25: Energieabhängigkeit der mittleren freien Weglänge.

Λ_{el} durch eine Zufalls-Phasenverschiebungs-Theorie mit Hilfe eines Muffin-Tin Modells unter Berücksichtigung von Austausch- und Korrelationseffekten berechnet. Da die elastische freie Weglänge lediglich in der Größenordnung von 0,3 nm liegt, muss die Streuung der heißen Elektronen durch die Lösung einer Transportgleichung behandelt werden. Die Transmission der Elektronen mit Energien von $E_{SE} = E' - W \geq 0$ kann wie bereits oben diskutiert mit Hilfe des kritischen Winkels α' für die interne totale Reflexion behandelt werden.

Abbildung 4.26a zeigt das Emissionsspektrum (4) der SE, das man schließlich aus den 3 unterschiedlichen Beiträgen (1-3) erhält, Abbildung 4.26b

übertragen, die sich ergebende Funktion $4\pi S_{pl}(E, E')$ ist auch dargestellt, ebenso die entsprechende Winkelcharakteristik. Dieser Mechanismus gibt den größten Beitrag zur Anregung der SE in Al. Jedoch sind die Beiträge der Elektron-Elektron- und Rumpfanregung, die um einen Faktor von 10 bzw. 100 kleiner sind als der Plasmonenbeitrag, wegen der Ausdehnung von S_c und S_e bezüglich der Energie E' nicht zu vernachlässigen.

Die angeregten, heißen Elektronen mit Energien oberhalb der Fermienergie werden elastisch und inelastisch gestreut, bevor die die Oberfläche erreichen können. Abbildung 4.25 zeigt die berechneten mittleren freien Weglängen für diese Prozesse. Die inelastisch mittlere freie Weglänge Λ_{inel} wird durch die dielektrische Theorie und die

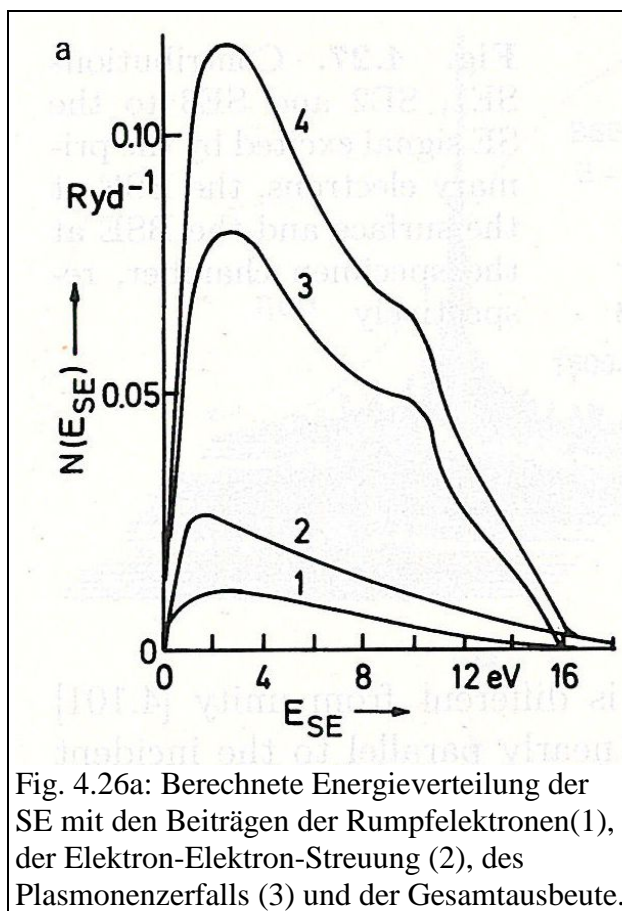
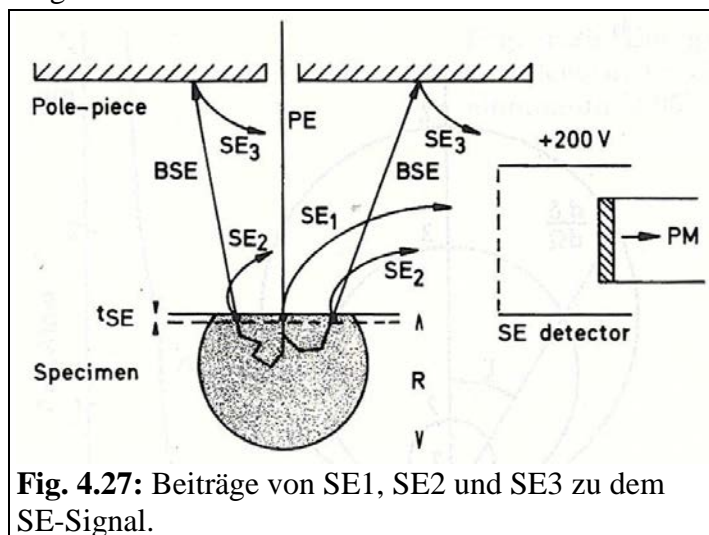


Fig. 4.26a: Berechnete Energieverteilung der SE mit den Beiträgen der Rumpfelektronen(1), der Elektron-Elektron-Streuung (2), des Plasmonenzerfalls (3) und der Gesamtausbeute.

zeigt die Winkelverteilung, die exakt dem Lambertschen Gesetz folgt, obwohl die primäre Anregung anisotrop ist (Abb. 4.23a-c). Demzufolge hängt die SE-Ausbeute nicht von der Richtung k_0 ab, noch ist sie an der Ober- bzw. Unterseite einer dünnen Probe unterschiedlich. Der Hauptgrund dafür ist die kurze mittlere freie Weglänge Λ_{el} in Abbildung 4.25, die eine vollständige Zufälligkeit der Richtungen der SE innerhalb der Probe zur Folge hat.

Beitrag der RE zur SE-Ausbeute

Die SE1 werden von der PE in einer Schicht der Tiefe t_{SE} in unmittelbarer Nähe des Elektronenstrahls erzeugt und tragen so zur hohen Auflösung des SE-Bildes bei. Aber auch die RE erzeugen in der Schicht der Dicke t_{SE} SE, nämlich die SE2. Da die RE eine geringere mittlere Energie als die PE haben und die Probe in der Regel nicht senkrecht verlassen, ist der Anteil der durch die RE erzeugten SE größer als der Anteil, der durch die PE generiert wird. Die SE3, die durch die im Probenraum vagabundierenden Elektronen entstehen, kann man im Allgemeinen außer Acht lassen.



Bei Energien unter 3 keV ist der Anteil der SE, die von den RE erzeugt werden ohne Bedeutung, da die Reichweite der Elektronen in der gleichen Größenordnung liegt wie die Austrittstiefe der SE. Bei höheren Energien, z.B. 10 keV, ist die Austrittsverteilung der RE relativ breit, die der SE dagegen nicht. In diesem Energiebereich tragen die SE1, die aus einem Volumen t_{SE}^3 stammen, zur hohen Auflösung bei. Die RE bzw. die SE2 enthalten Informationen aus dem wesentlich größeren Volumen R^3 . Da ihr Anteil

an den SE relativ groß ist, wird die Auflösung schlechter. Oder umgekehrt ausgedrückt, im Low Voltage Mode gibt es keinen signifikanten Unterschied zwischen RE und SE.

Statistik der RE- und SE-Emission

Nicht nur die PE zeigen ein Rauschen, d.h. die Anzahl der PE, die die Probe in einer bestimmten Pixelzeit treffen, ist statistisch verteilt, sondern die Statistik erhöht auch das Rauschen der RE- bzw. SE-Emission.

Wir nehmen an, dass ein Teilchen (Elektron oder Photon) zufällig i Teilchen in einem Informationskanal erzeugen kann. $P_x(i)$ ist die Wahrscheinlichkeit, dass ein Teilchen i Teilchen erzeugen kann, $P_x(n,i)$ ist die Wahrscheinlichkeit, dass n einfallende Teilchen i Teilchen erzeugen können. $P_x(i)$ ist eine Binominalverteilung, da i nur Werte 0 oder 1 annehmen kann, d.h. die Teilchen werden entweder absorbiert ($i=0$) oder transmittiert, rückgestreut oder emittiert ($i=1$). Für große n wird die Binominalverteilung zur Poissonverteilung. Weiterhin muss man aber die Statistik für einen Kaskadenprozess betrachten, d.h. im ersten Schritt erzeugt ein

Teilchen i Teilchen mit einer Wahrscheinlichkeit $P_{x_1}(i)$, und wenn diese i Teilchen den zweiten Schritt tun, dann erzeugen sie j Teilchen mit einer Wahrscheinlichkeit $P_{x_2}(j)$ usw..

Folgt auf eine Binominalverteilung eine zweite, so ergibt sich wieder eine Binominalverteilung. Folgt eine Binominalverteilung auf eine Poissonverteilung, so ergibt sich eine Poissonverteilung. Zwei aufeinander folgende Poissonverteilungen ergeben aber keine Poissonverteilung.

Wir wollen nun den minimalen Probenstrom abschätzen, der notwendig ist, um eine Signal-Rausch-Verhältnis $\Delta I_{SE}/I_{SE}$ ($I_{SE} = I_P \delta$) zu erhalten. Das Detektorrauschen wird später diskutiert. Die Amplitude des Untergrundsignals ΔI_n ist gegeben durch

$\Delta I = \frac{e}{\tau} [\text{var}(\bar{n}_p \delta)]^{1/2} = \frac{e}{\tau} [\text{var}(\bar{n}_p (1+b))]^{1/2}$. Das Signal-Rausch-Verhältnis ist dann gegeben

durch $\frac{S}{N} = \frac{\Delta I_{SE}}{\Delta I_n} = \left(\frac{\tau I_P}{e(1+b)} \right)^{1/2} \frac{\Delta I_{SE}}{I_{SE}} > k$, wobei k von der Größenordnung 3..5 ist. τ ist die

Zeit für einen Pixel, b ist im Fall der Poissonverteilung $b = 1/\delta$. Für den Probenstrom findet

man $I_P > \left(\frac{k}{\Delta I_{SE}/I_{SE}} \right)^2 \frac{e(1+b)}{\tau}$. Das Ganze soll an einem Zahlenbeispiel illustriert werden. Für

$e = 1,6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$, $b = 10$, $\Delta I_{SE}/I_{SE} = 5\%$, $k = 3$ und $\tau = 4 \cdot 10^{-4} \text{ s}$ (500*500 Pixel in einer Framezeit von 100 s) erhält man einen minimalen Probenstrom $I_P = 1,6 \cdot 10^{-11} \text{ A}$. In Abschnitt 2.2.4 wurde bereits gezeigt, dass solch einen Sondenstrom zu groß ist, um den kleinstmöglichen Sondendurchmesser zu erreichen.

Einige Ausführungen Detektor für Mikroanalyse

Die Erzeugung der zur Analyse verwendeten Röntgenstrahlung erfolgt, wie zuvor erwähnt, beim Auftreffen eines gebündelten, stark beschleunigten Elektronenstrahls auf die Probenoberfläche. Besitzen die die Probe treffenden Elektronen genügend Energie, dann können sie Elektronen aus den inneren Schalen der Probenatome herausschlagen. Die entstehenden Lücken werden von Elektronen aus weiter außen liegenden Schalen wieder besetzt. Die Energie der Elektronen korreliert mit der Entfernung des Platzes zum Kern. Je weiter weg sich ein Elektron vom Kern befindet, desto höher ist seine Energie. Wenn ein Elektron nun den Platz eines näher am Kern befindlichen Elektrons einnimmt, kann diese Energie abgegeben werden. Der freiwerdende Energiebetrag hängt natürlich von allen umgebenden Elektronen und der Größe des Sprungs ab und ist charakteristisch für jedes Element. Die Abgabe der Energie kann durch Emission eines Röntgenquants erfolgen. Bei Anregung mit Elektronen setzt sich ein Röntgenspektrum im Prinzip aus zwei verschiedenen Anteilen zusammen:

1.: Aus einem kontinuierlichen Röntgenspektrum, das dadurch entsteht, dass Elektronen im Inneren der Probe durch Wechselwirkung mit der Atomhülle abgebremst werden und dabei



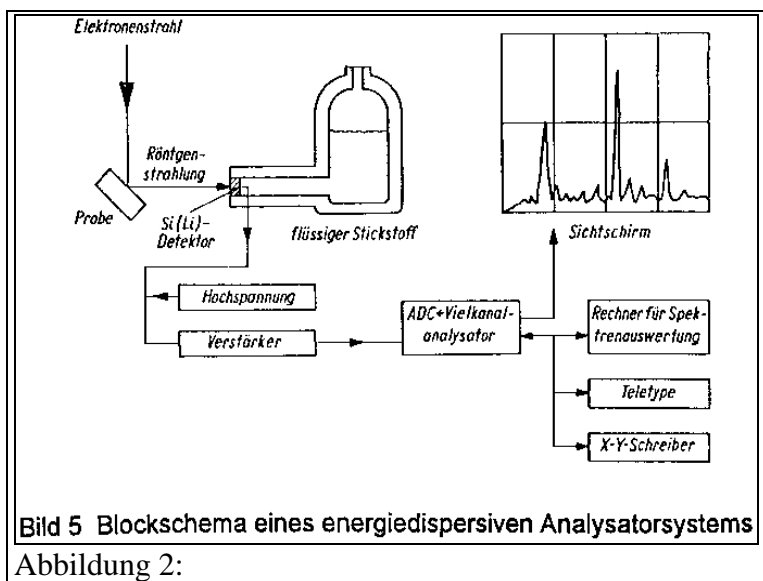
Abbildung 1: Ansicht eines REM mit EDX.

ihre kinetische Energie kontinuierlich verlieren. Dieser Anteil wird deshalb auch Bremsspektrum genannt.

2. Aus dem so genannten "charakteristischen" Röntgenspektrum, das diesen Namen deshalb trägt, weil es aus einer Anzahl von Linien besteht, deren Lage für das jeweilige Element charakteristisch ist. Um die Linien der verschiedenen Elemente - bzw. die Serien der verschiedenen Niveaus - voneinander zu trennen, bedarf es eines Röntgenspektrometers. Die Detektion kann durch Messen der Wellenlänge (wellenlängendispersiv) oder durch Messen der Energie (energie dispersiv) der emittierten Röntgenstrahlung erfolgen. Bei der Chemetall findet am Rasterelektronenmikroskop ein energiedispersiver Röntgendetektor Verwendung. Die Funktionsweise ist wie folgt: Ein Siliziumeinkristall, der mit Lithiumatomen gedriftet ist (unter angelegter Spannung eindiffundierte Li-Atome), ein so genannter **Si(Li)-Detektor**, hat sich zur Registrierung von Röntgenquanten im Energiebereich von 1- 50 keV für die energiedispersive Analyse bewährt. Er muss mit flüssigem Stickstoff gekühlt werden, damit die Li-Atome - bei angelegter Spannung - nicht weiter ins Innere diffundieren. Damit die Oberfläche des gekühlten Detektors nicht vereist oder kontaminiert wird, wird er durch eine dünne Polymerfolie vom Mikroskopraum vakuumdicht abgetrennt. Der hochreine und fehlerarme Si-Einkristall sitzt zwischen zwei Metallelektroden, an denen eine Spannung von 500 V liegt. Kommt ein Röntgenquant in den Detektor, so gibt es seine Energie ab und erzeugt im Halbleiter freie Ladungsträger, deren Zahl zur Energie des Röntgenquants proportional ist. Die Ladungsträger bewegen sich unter dem Einfluss des elektrischen Feldes zu den Elektroden. In einem Vorverstärker werden die Ladungen des Detektors in Spannungsimpulse verwandelt. Nach weiterer Verstärkung werden diese in einem Vielkanalanalysator (meist 1024 bzw. 2048 Kanäle) nach Impulshöhen, also entsprechend den Energiestufen, sortiert. Dies geschieht simultan für den gesamten gewählten Energiebereich, so dass das Anwachsen des Energiespektrums auf einem Bildschirm beobachtet werden kann. Nach Ablauf einer vorgewählten Zählzeit wird die Aufnahme gestoppt und kann digital ausgewertet werden. Ein Si(Li)-Detektor wandelt fast alle Röntgenquanten in Elektronen um. Die Halbwertsbreite seiner Energieauflösung beträgt 138 eV. Mit dem Si(Li)-Detektor können simultan alle Elemente ab der Ordnungszahl 5 (Element Bor) erfasst werden.

Besondere Verfahren der energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX):

Will man von einem Probenbereich die Verteilung eines bestimmten Elementes studieren, so besteht die Möglichkeit der Aufnahme von Elementverteilungsbildern ("Mapping"). Man setzt dabei auf die intensitätsstärkste Linie des betreffenden Elements ein "Fenster", d.h., die Elektronik wird dadurch angewiesen, nur noch eine bestimmte Quantenenergie bzw. einen schmalen Energiebereich zu verarbeiten. Auf dem Bildschirm erscheinen helle Punkte, die die in der Probe ausgelösten Röntgenquanten für das gewählte Element



repräsentieren (ja/nein-Aussage). Es können simultan die Mappings aller Elemente (ab Element Bor) aufgenommen werden.

Neben der Summen- oder Flächenanalyse sind gezielte Analysen kleinster Bereiche mit dem stationären Primärstrahl möglich (Punktanalysen, "Spot-Betrieb"). Im "Line-scan-Betrieb" wird der Primärstrahl im stationären Betrieb langsam über die Probe geführt und simultan die Röntgensignale aller Elemente (ab Element Bor) entlang dieser Linie registriert. Die relative Konzentration der detektierten Elemente kann zusammen mit dem morphologischen Bild dargestellt werden. Nach einer qualitativen Analyse ist die Frage nach der prozentualen Zusammensetzung (quantitative Analyse) oft der nächste logische Schritt. Wenn man quantitativ arbeiten will, müssen zunächst klare geometrische Verhältnisse hergestellt werden: Man muss definieren, unter welchem Winkel der Primärelektronenstrahl einstrahlt und unter welchem Winkel der Detektor die Probe sieht. Im Falle einer quantitativen Analyse an rauen Probenoberflächen kommt es zu großen Schwierigkeiten, weil man nicht genau weiß, unter welchem Neigungswinkel die Strahlung abgenommen wird. Nach Untergrundabzug sind die Beziehungen der gewonnenen Nettointensitäten der einzelnen Elemente zueinander keineswegs linear. Es werden so genannte ZAF-Korrekturprogramme angewandt, mit deren Hilfe relativ gute Analyseergebnisse erzielt werden können. In diesen Programmen wird die Abhängigkeit von den in der Probe auftretenden Ordnungszahlen, der Absorption sowie der Sekundärfluoreszenz berücksichtigt. Diese Berechnungen führt die Software automatisch durch.

Quantitative Analysen setzen homogene Proben voraus. Allzu oft sieht eine Probe, die für Röntgenfluoreszenzspektrometer, Atomabsorption, Emissionsspektrometer oder für die Nasschemie homogen genug ist, im REM sehr inhomogen aus. Wer daher die Ergebnisse der Mikroanalyse allzu unkritisch mit den gewonnenen Resultaten der anderen

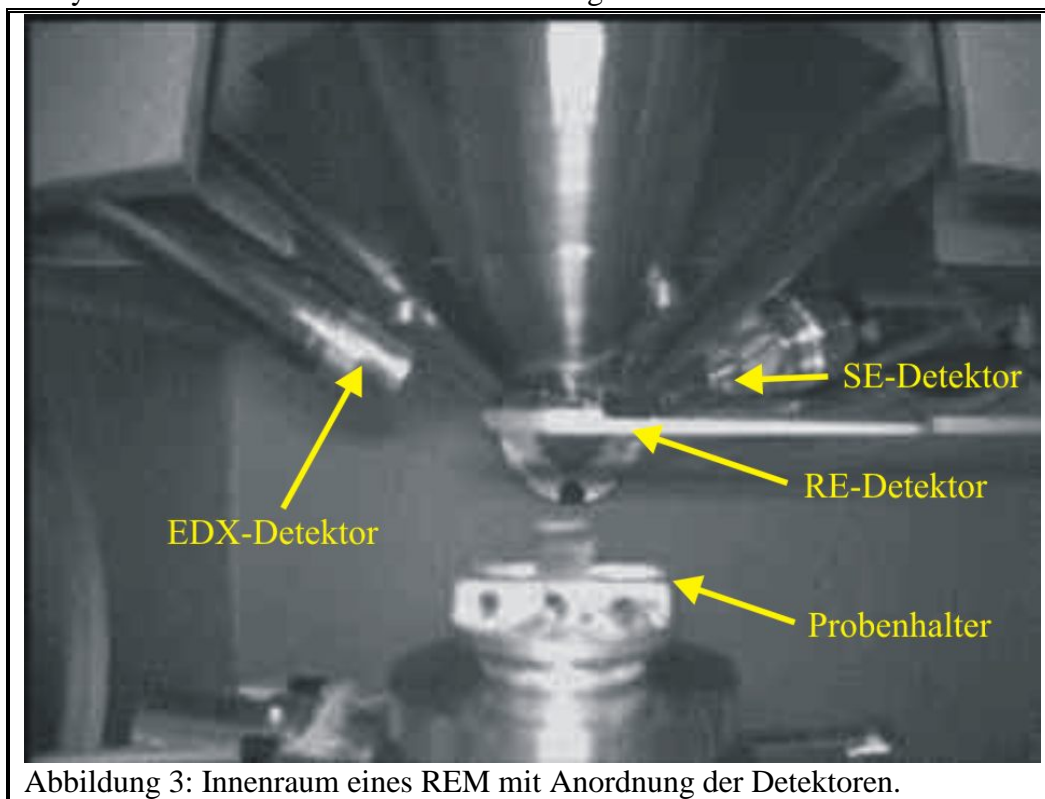


Abbildung 3: Innenraum eines REM mit Anordnung der Detektoren.

Analysenverfahren vergleicht, kann Schiffbruch erleiden. Der zu erwartende relative Fehler kann bei guten Proben und günstigen Bedingungen (Vergleichsmessungen mit Standards)

unter 5 % liegen. Die Nachweisgrenze liegt bei Elementen mit einer Ordnungszahl >11 (Natrium) bei etwa 0,1 Masse-%.