

Elektronenmikroskopie II

Yolita Eggeler

Microscopy of Nanoscale Structures & Mechanisms (MNM),

Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM),

Gebäude 30.25, Raum 215; Tel: 608-43724; Email: yolita.eggeler@kit.edu

1. Rasterelektronenmikroskopie

1.1 Funktionsprinzip des Rasterelektronenmikroskops

1.2 Wechselwirkung zwischen Primärelektronen und Probe

1.3 Apparative Aspekte

1.4 Abbildungsmodi

Abbildung mit Rückstreuelektronen

Abbildung mit Sekundärelektronen

Channeling (Orientierungskontrast)

Elektronenrückstreubeugung (EBSD: Electron Backscatter Diffraction)

1.5 Environmental Rasterelektronenmikroskopie

~~1.6 Abbildung mit elektronenstrahlinduzierten Strömen (EBIC: electron-beam induced currents)~~

1.7 Kathodolumineszenz

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

1.9 Elektronenstrahlithographie

Elektronenmikroskopie II

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen (FIB: focused-ion beam)

3. Rastertransmissionselektronenmikroskopie

4. Analytische Verfahren in der Raster- und Transmissionselektronen- mikroskopie

4.1 Gegenüberstellung Raster- und Transmissionselektronenmikroskopie

4.2 Entstehung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung in Festkörpern

4.3 Energiedispersive Röntgenanalyse (EDXS: energy-dispersive X-ray spectroscopy)

4.4 Wellenlängendispersive Röntgenanalyse
(WDXS: wavelength-dispersive X-ray spectroscopy)

4.5 Elektronenenergie-Verlustspektroskopie
(EELS: electron energy loss spectroscopy)

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

Spannungskontrast eines elektronischen Schaltkreises

Ohne angelegte Spannung

+12 V an Zuleitungen mit dunklem Kontrast

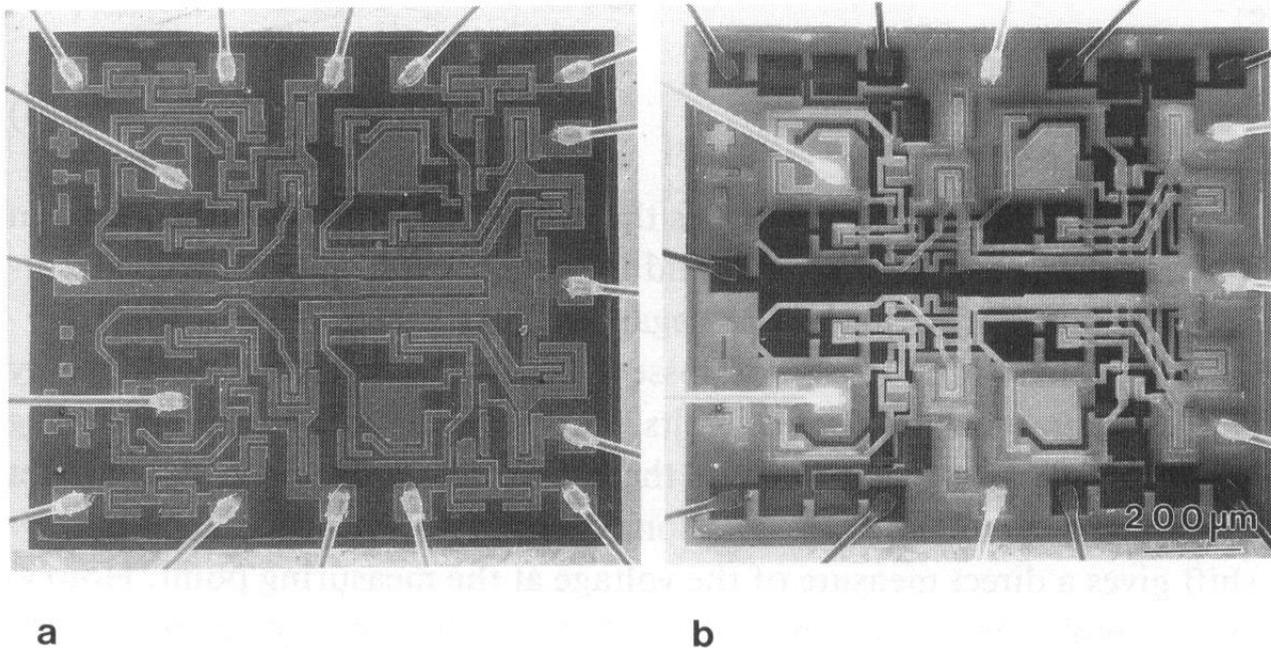


Fig. 8-2. Scanning electron microscope micrographs of an integrated logic circuit [8-6]. a) Normal SE image, all interconnections grounded. b) SE image with voltage contrast; dark interconnections: +12 V; bright interconnections: 0 V.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.2

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

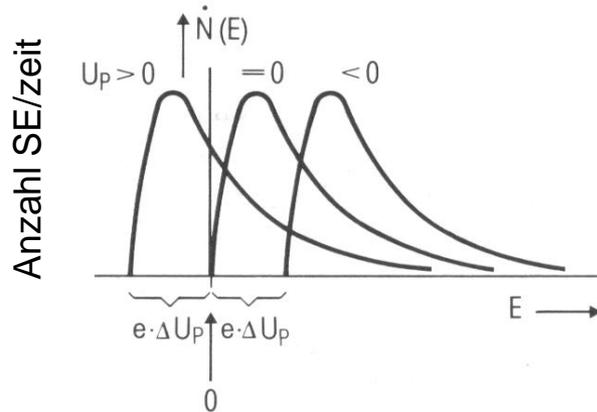


Fig. 8-1. Energy distribution of secondary electrons: $\dot{N}(E)$ is the number of SEs emitted per time and energy interval and E the energy referred to ground potential. The middle curve applies to the case of SEs starting from a grounded measuring point ($U_p = 0$). Voltages deviating from zero lead to a shift in the energy distribution. Due to the negative electron charge, the shift is to lower energies for $U_p > 0$ and higher energies for $U_p < 0$.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.1

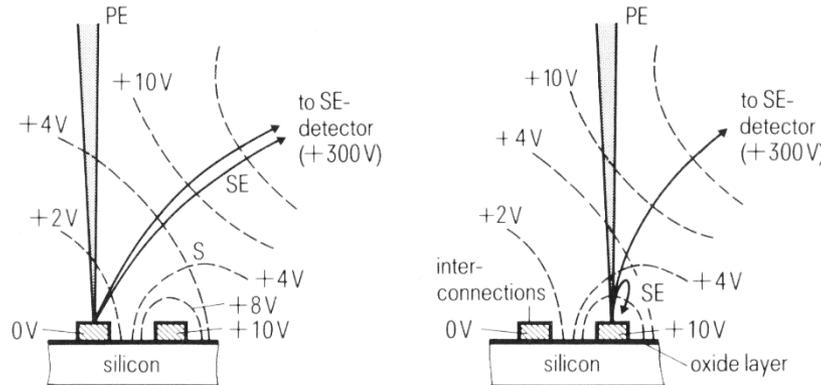
- Veränderung der Energieverteilung der SE in Abhängigkeit vom angelegten Potential U

$$E = E_{(U=0)} - eU$$

- Aber: SE Detektoren können keine SE Energien messen
- SE Emission ist auch durch Topographie beeinflusst

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

Qualitativer Spannungskontrast: Einfluss von Mikrofeldern

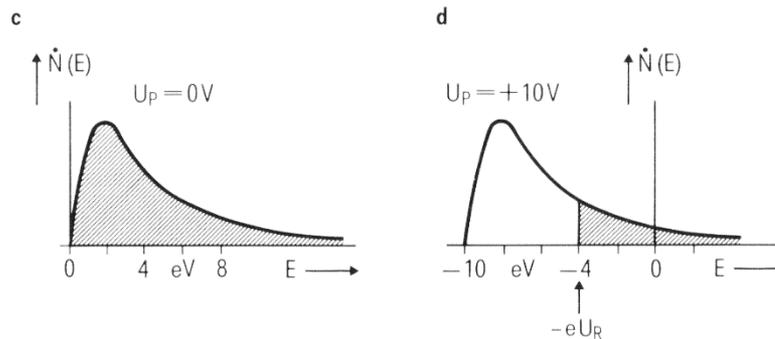


Beeinflussung der SE durch lokale Mikrofelder

hier:

U_p : +10 V

U_r : retardierendes Potential am Sattelpunkt (+4 V)



Lokaler SE Strom

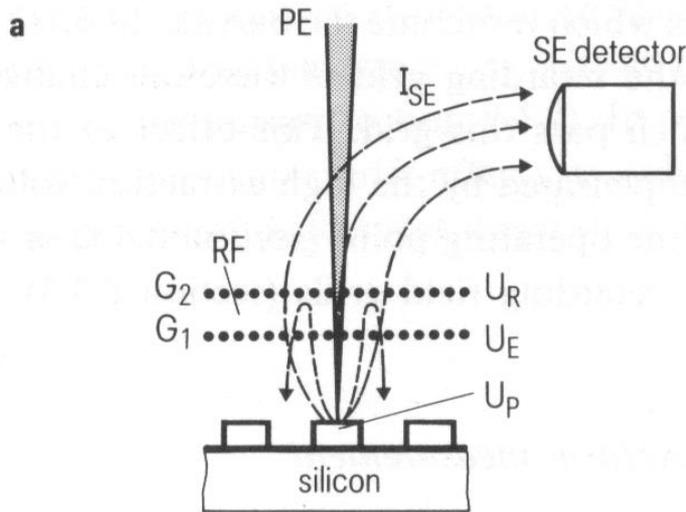
$$I_{SE} = e \int_{-eU_r}^{50eV} \dot{N}(E) dE$$

Fig. 8-3. Principle of voltage contrast imaging [8-6]. a) The PE beam strikes an interconnection with $U_p = 0$ V: all generated SEs (total area under the energy distribution curve in Fig. c) reach the detector. b) The PEs strike an interconnection with $U_p = +10$ V: the SEs are retarded at a potential threshold, only the higher-energy SEs (hatched area under the curve in Fig. d) reach the detector. U_r is the retarding voltage at the saddle point S, other designations as for Fig. 8-1.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.3

1.8 Prüfen elektronischer Bauelemente / Spannungskontrast

Schwierigkeit: lokale Mikrofelder (Sattelpunktpotentiale U_r) werden durch umgebende Potentialverteilung beeinflusst und damit auch $I_{SE} \rightarrow$ Spannungskontrast ist abhängig von der Umgebung (gleiche Helligkeit bedeutet nicht zwangsläufig gleiches lokales Potential U_p auf der Probe)



Quantitativer Spannungskontrast (Bestimmung des lokalen Potentials U_p) durch Messung der SE Energie mit einem retardierenden Elektronenenergie Spektrometer:

G1: Elektrode mit hoher Extraktionsspannung U_E (abgemilderte/asgegliche Mikrofelder)

G2: Retardierende Elektrode mit definiertem Potential U_R

Fig. 8-5.

Principle of voltage measurement [8-6]. a) Configuration with retarding field spectrometer RF: grid G_1 extraction electrode with voltage U_E , grid G_2 retarding electrode with voltage U_R ; measuring point voltage U_P . b) SE energy distribution curves (designations as

$$I_{SE} = e \int_{-eU_r}^{50eV} \dot{N}(E) dE$$

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.8.3a

1.9 Elektronenstrahlolithographie

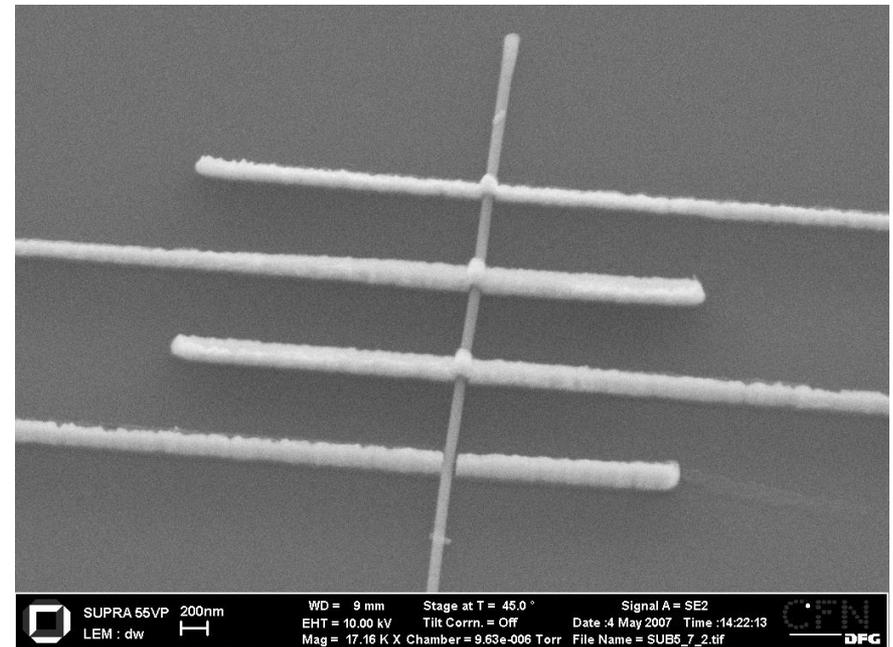
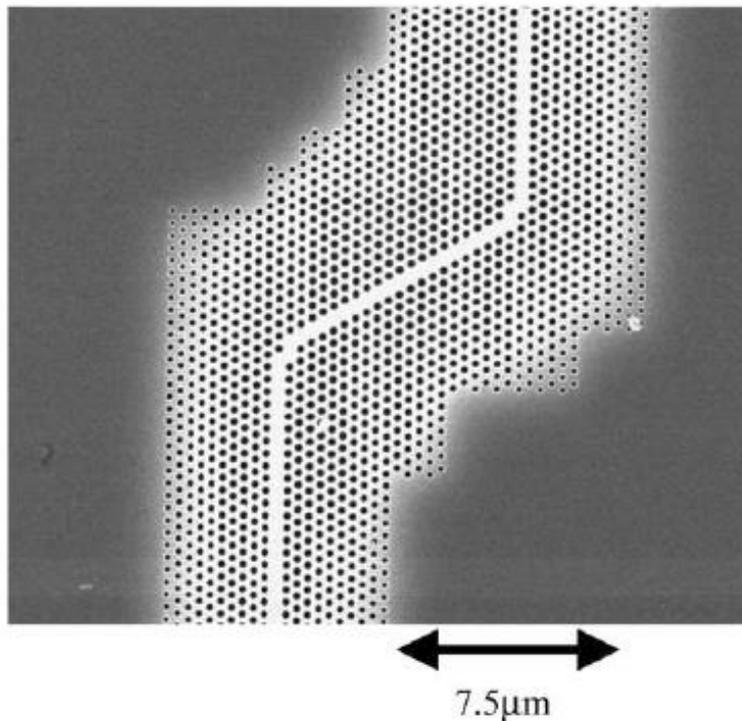


<https://www.youtube.com/watch?v=PWV9pvdRBNY>

Video: Raith group & nanostanford

1.9 Elektronenstrahlolithographie

- Mikro- und Nanostrukturierung von Materialien (Halbleiter, Metalle)
- ungeeignet für große Stückzahlen: serieller (und nicht paralleler) Prozess
- minimale Strukturgrößen (Linien) ca. 10 nm



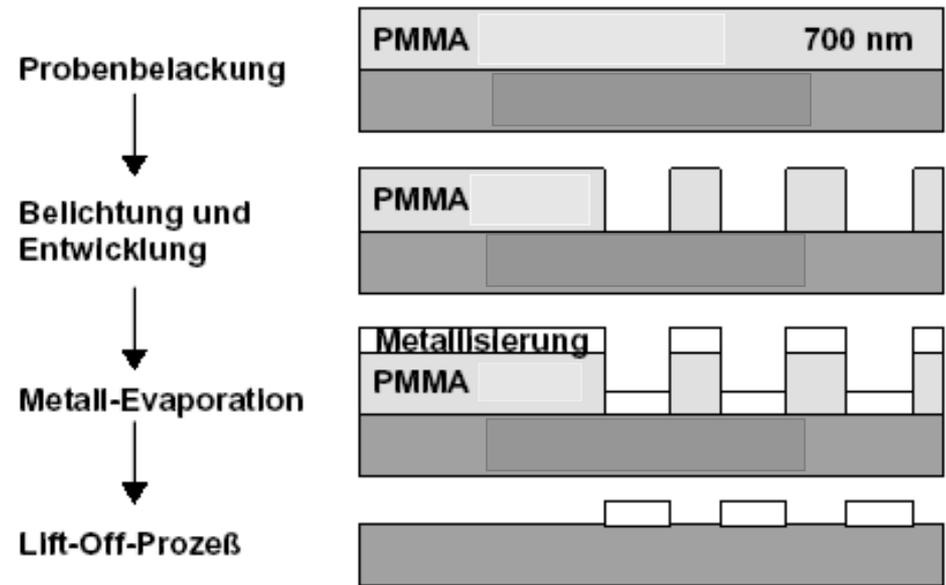
D. Weissenberger, LEM

Talneau et. al., Photonics and Nanostructures 2, 1 (2004)

1.9 Elektronenstrahlolithographie

Vorgehensweise bei der Herstellung von nanostrukturierten Metallisierungen:

- Aufbringen eines elektronenempfindlichen Lacks (z.B. PMMA) mit Lackschleuder
- lokale Belichtung mit dem Elektronenstrahl
- “Entwicklung”, d.h. Entfernen der belichteten (positiver Lack)/unbelichteten (negativer Lack) Bereiche durch Plasmaätzen oder chemisch in einer Entwicklerflüssigkeit
- Bedampfen mit Metallschicht
- lift-off: Entfernen des Lacks



1.9 Elektronenstrahlithographie

Elektronendosis:

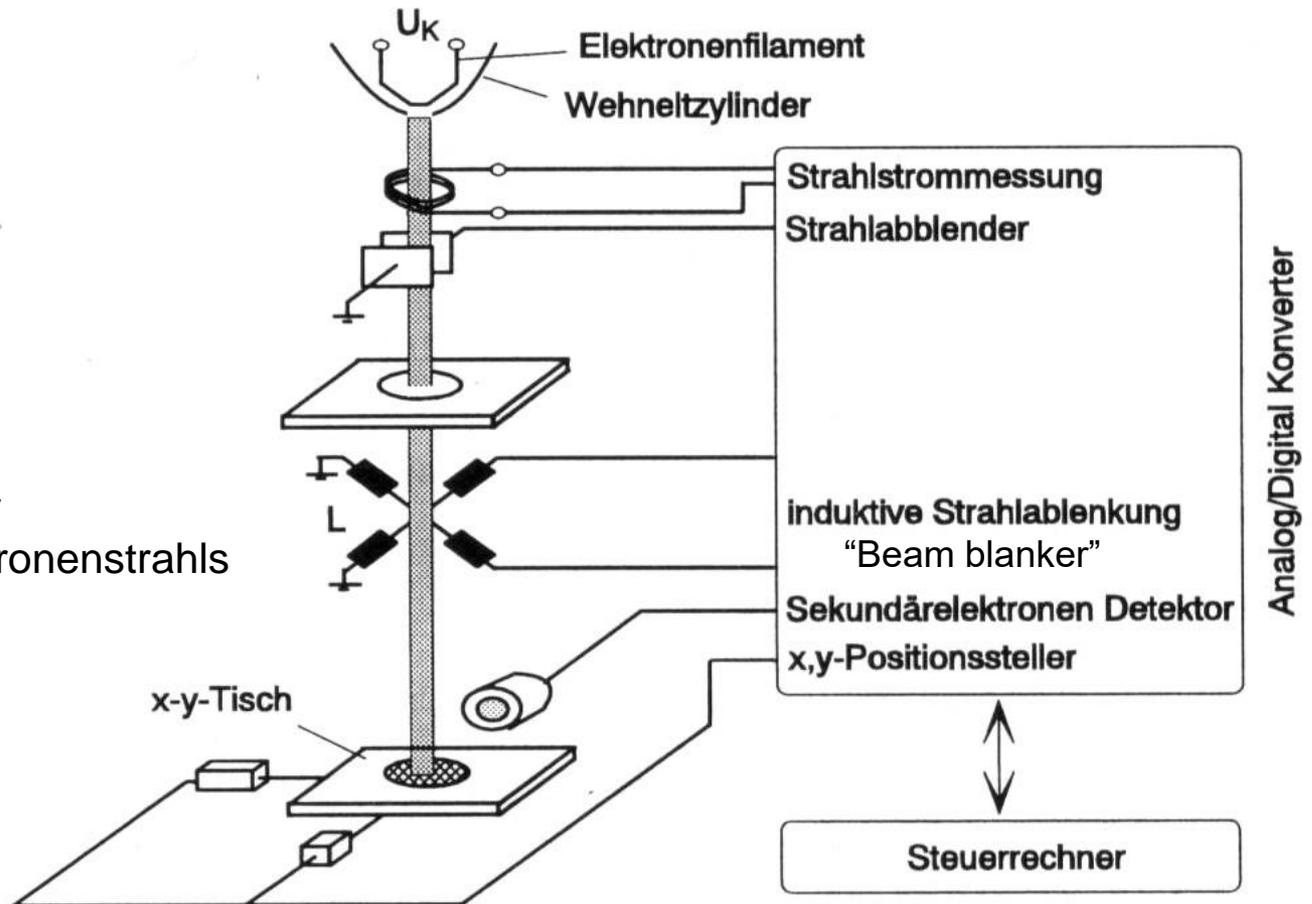
$$C_s = \frac{I_s t_s}{\pi r_s^2}$$

I_s : Strahlstrom

t_s : Belichtungsdauer

r_s : Radius des Elektronenstrahls

Laserinterferometer
für präzise
Steuerung des
Probentisches

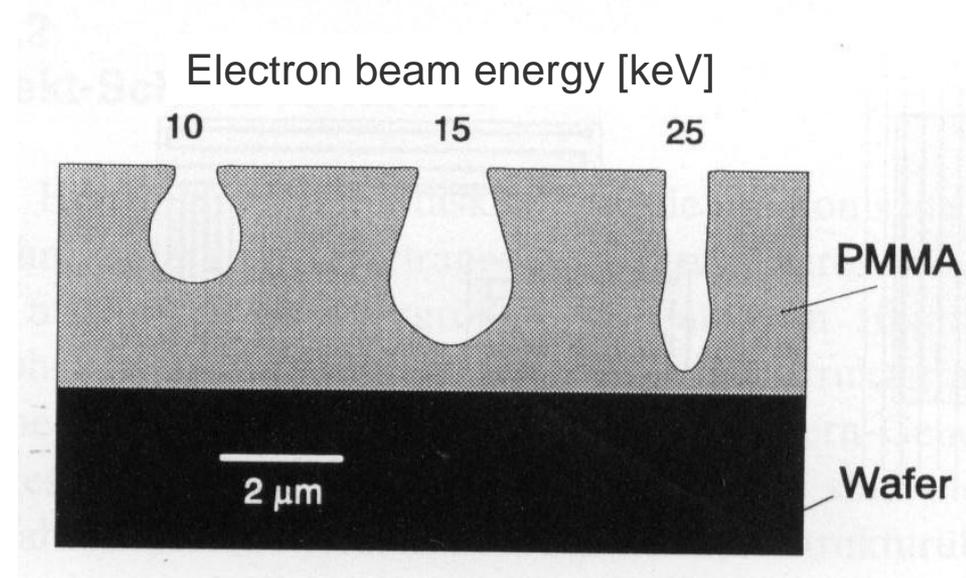
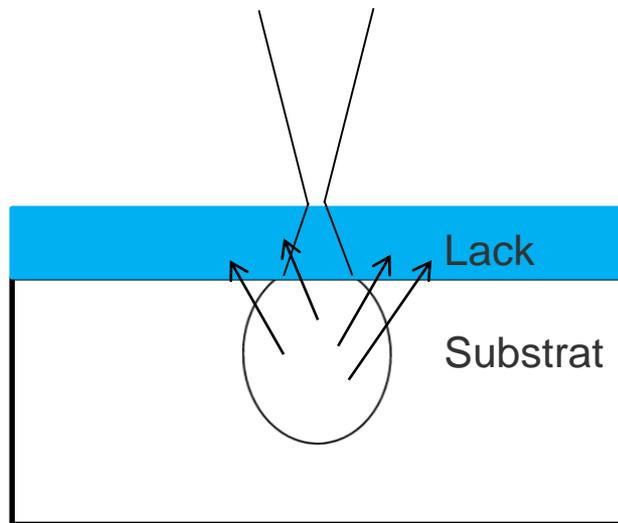


W. Prost, Technologie der III-V Halbleiter, Abb.6.7

1.9 Elektronenstrahlolithographie

Qualität und Größe der Strukturen:

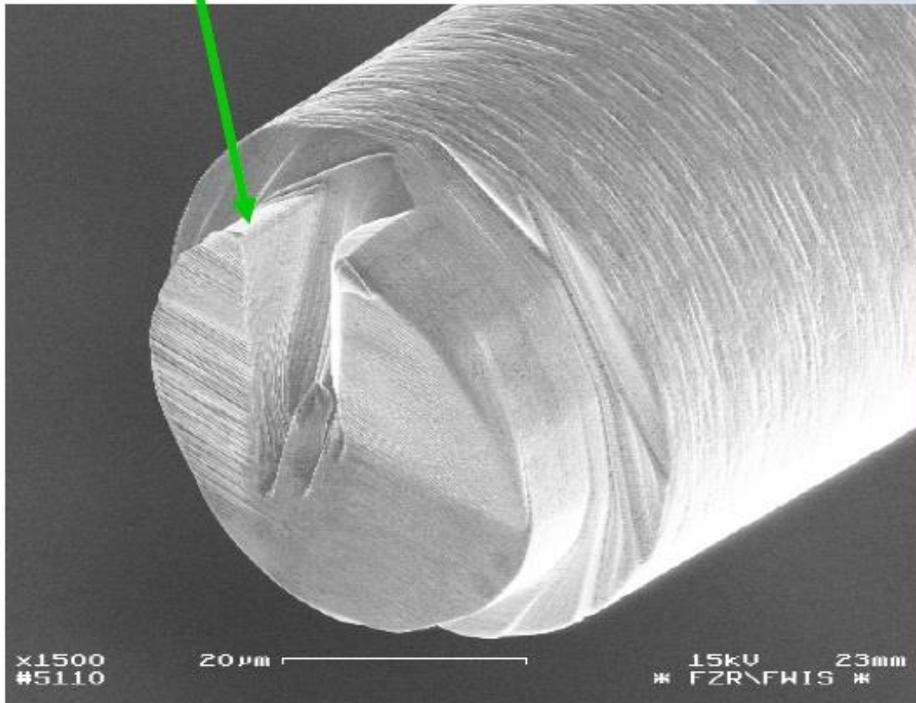
- Kantensteilheit abhängig von der Elektronenenergie
- “Proximity” Effekt (Belichtung des Lacks von “unten”), Berechnung mit Monte-Carlo Simulationen
→ Strukturgröße i. allg. größer als Strahldurchmesser
- bei sehr kleinen Strukturen: Optimierung von Lackdicke, Elektronenenergie und Strahlstrom



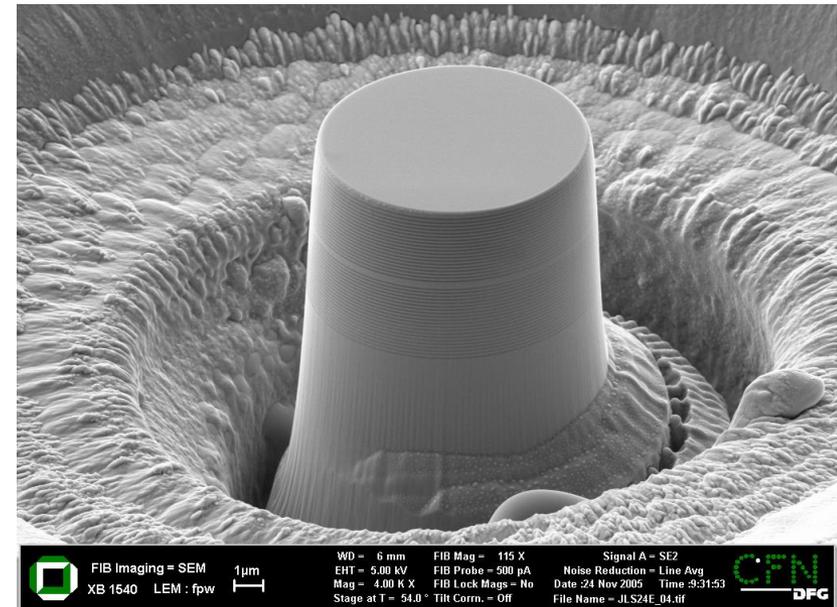
W. Prost, Technologie der III-V Halbleiter, Abb.6.7

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Schneidkante

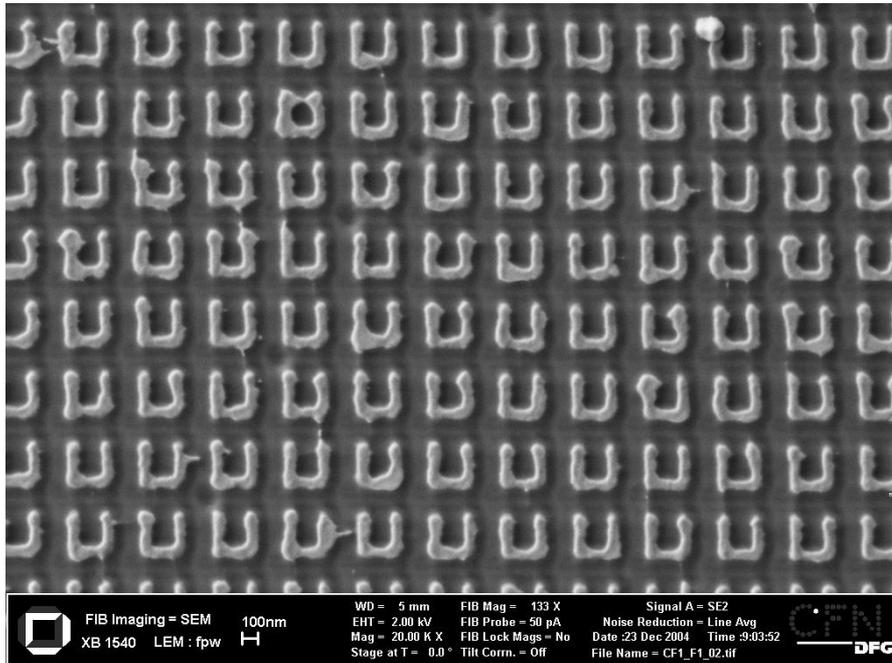


Strukturierung der Schneidkante eines Fräsbohrers



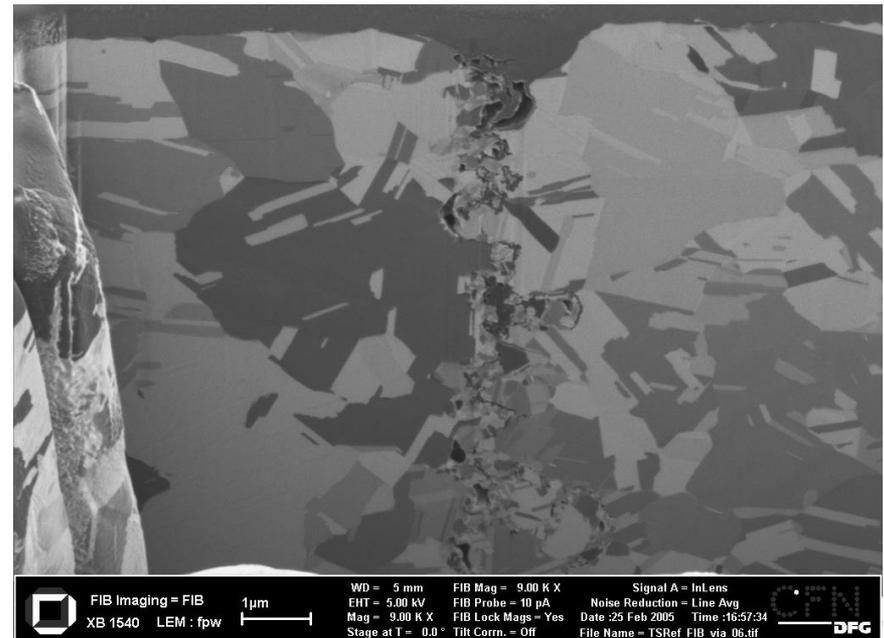
Optischer Mikroresonator aus
GaAs/AlGaAs-Heterostruktur

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen



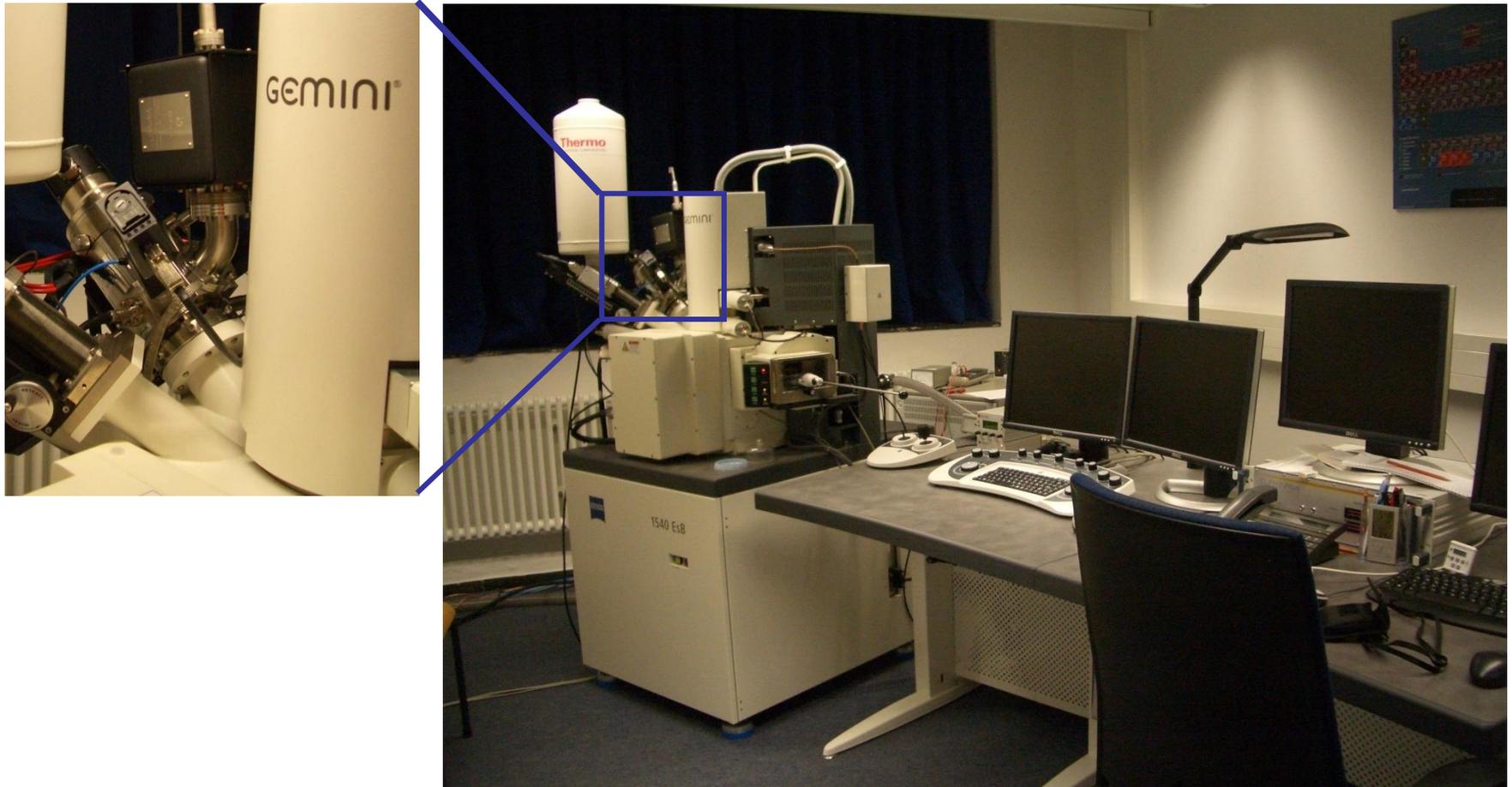
Metamaterial: Au-Nanostrukturen auf ITO (Indium Zinnoxid)/Glass Substrat

Darstellung der Kornstruktur von Werkstoffen im Channeling Kontrast



2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Aufbau eines kombinierten („dual-beam“) FIB/REM Systems



2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Zusätzliche Literatur:

Stefan Lipp, Untersuchungen von Ätz- und Abscheideprozessen im fokussierten Ionenstrahl, Shaker Verlag Band 1/98

L. A. Giannuzzi, F. A. Stevie, Eds., Introduction to Focused Ion Beams, Springer Verlag

Einsatz von FIB (Focused-Ion-Beam) Systemen:

- Gezielter Materialabtrag (Sputtererosion) zur Herstellung und Modifikation von Mikro- und Nanostrukturen, z.B. photonische Strukturen, mikrooptische Bauteile, Lithographiemasken und Maskenreparatur,.....
- Fehleranalyse und Reparatur von Defekten in (Halbleiter)Bauelementen
- Herstellung von Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie (Zielpräparation)
- lokale Ga-Implantation (Dotierung)
- Channeling Kontrast
- Nachteil: Strahlenschädigung (Ga^+ -Ionen mit 30 keV)

Außerdem:

- Ionenstrahl-induzierte Abscheidung von Metallen (Pt, W) und SiO_2 durch Zufuhr von Gasen mit den entsprechenden Metallatomen, z.B. zur Kontaktierung von Bauelementen
- reaktives Ätzen durch Zufuhr eines Ätzgases (XeF_2)

In Dimensionen von einigen μm bis zu wenigen 10 nm

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Aufbau eines kombinierten FIB/REM Systems

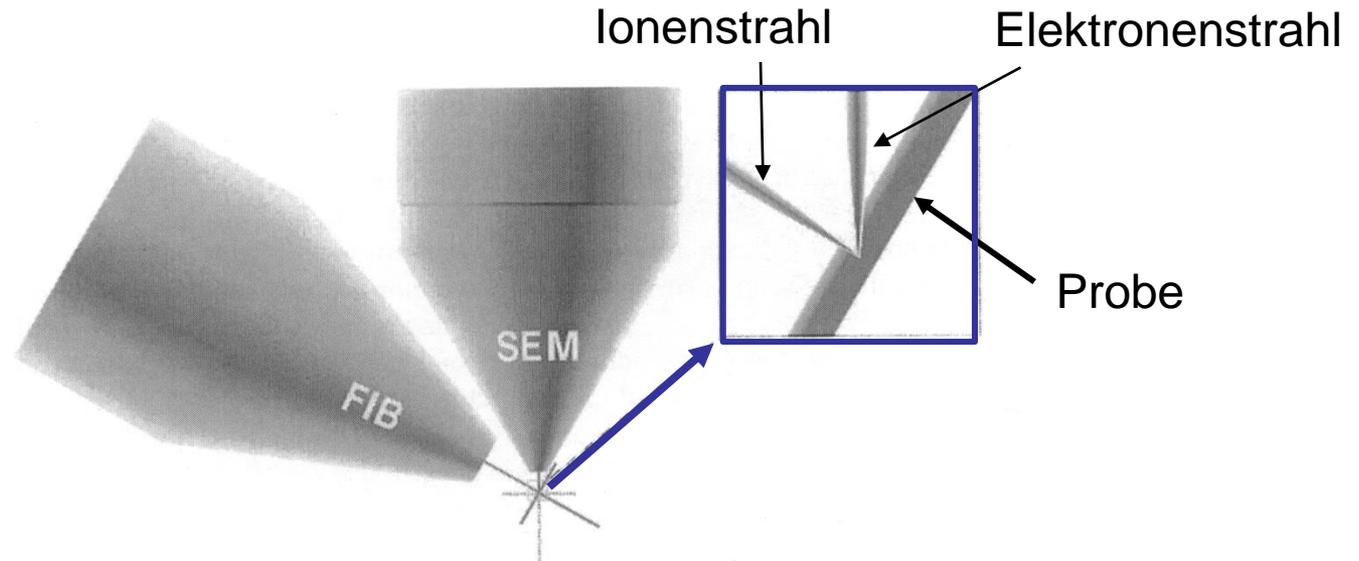


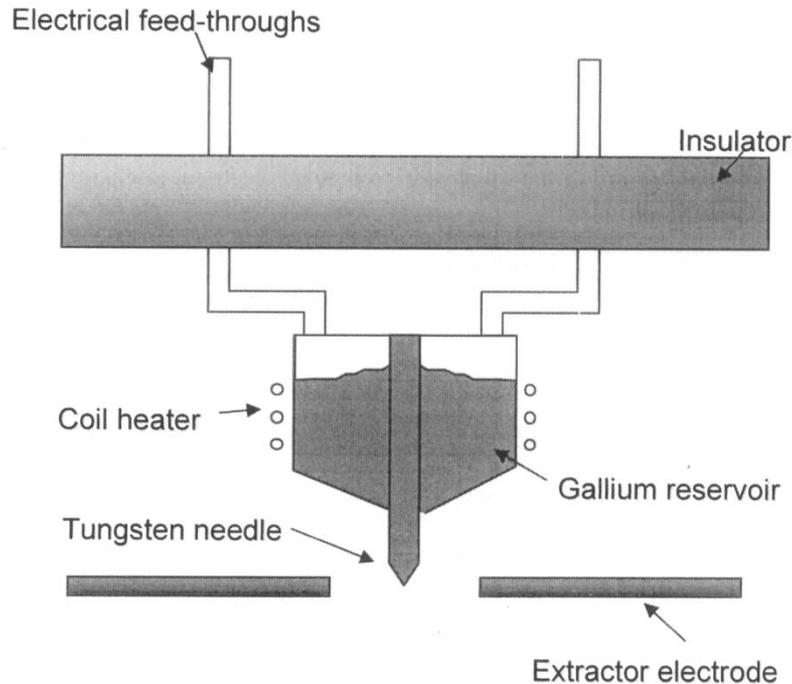
Figure 12-1. A typical dual-beam system configuration. The vertical SEM column and tilted FIB column have a single “coincident” point on the sample. SEM imaging during FIB cross-sectioning enables real-time monitoring of the milling process.

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.12.1

- Gleichzeitiger Betrieb von REM (Abbildung) und FIB (Sputtererosion, Abscheidung,...)
- Gemeinsamer Koinzidenzpunkt von Rasterelektronen- und Rasterionenmikroskop

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Flüssig-Ga⁺-Ionenquelle und Ionensäule



L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie,
„Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.2

- Feldverdampfung von Ga⁺-Ionen
- minimaler Strahldurchmesser 3-4 nm
- inzwischen auch Ar, Xe, Ne FIB-Systeme

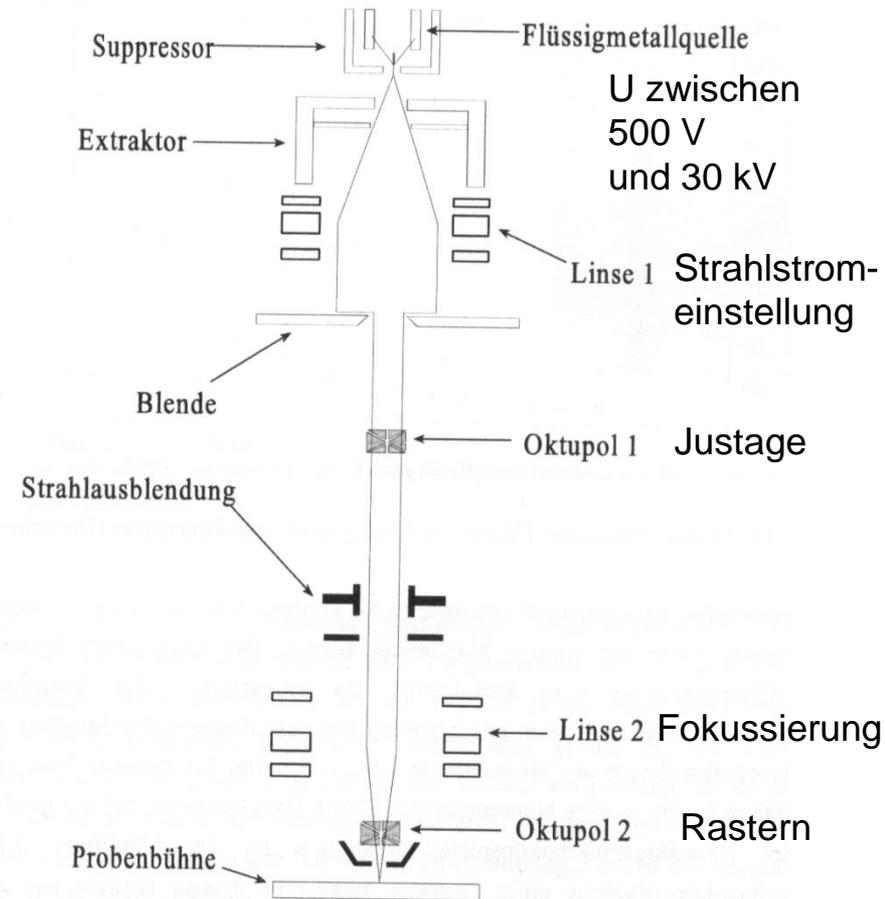
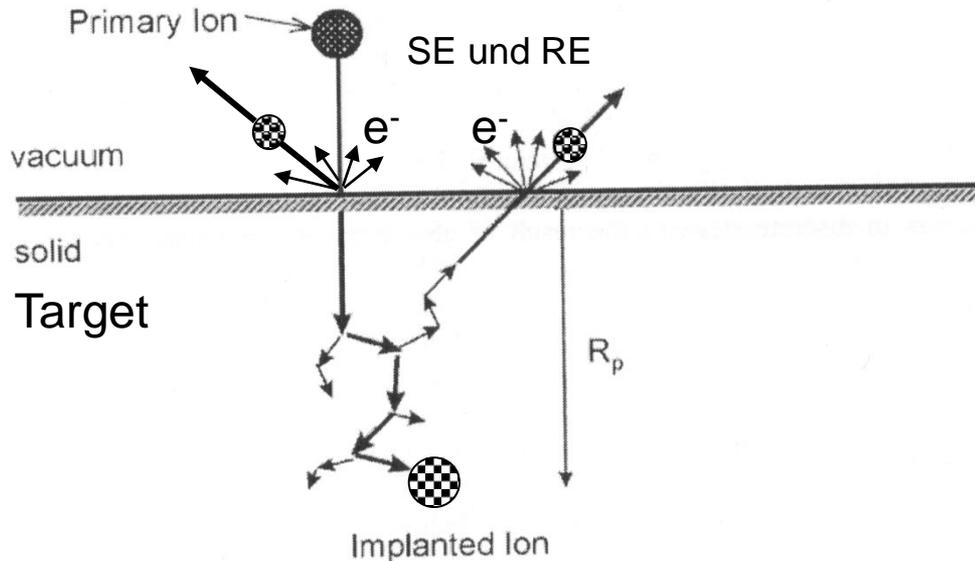


Abb. 3.5: Aufbau der Ionenstrahlsäule

S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Abb.3.5

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper



⊗: gesputterte Teilchen
(neutral oder ionisiert)

Adaptiert aus
L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to
Focused Ion Beams“, Abb.2.1

Figure 2-1. Schematic diagram of the sputtering process and ion-solid interactions (adapted from Nastasi et al., 1996).

- Erzeugung von Sekundär- und Rückstreuelektronen
- Sputtererosion, wenn Energieübertrag an Oberflächenatom > Bindungsenergie des Atoms im Festkörper
- Verlagerungsschädigung (Verlagerung von Targetatomen, Schädigungskaskade)
- Implantation
- Materialerwärmung (Erzeugung von Phononen)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

1. Elastische Streuung (Impuls- und Energieerhaltung zwischen Stoßpartnern)
2. Inelastische Streuung (keine Impuls- und Energieerhaltung)
3. Beschreibung der Abbremsung von Ionen im Festkörper

1) Elastische Streuung

Stoßprozess (Billiardphysik, klassische Mechanik) für Energieübertrag von Ga⁺-Ion auf ruhendes Targetatom

$$\frac{E_1}{E_0} = \frac{1}{\left(1 + \frac{m_2}{m_1}\right)^2} \left[\cos \Theta + \sqrt{\left(\frac{m_2}{m_1}\right)^2 - \sin^2 \Theta} \right]^2$$

E_0, E_1 : Energie des einfallenden Ions vor und nach dem Stoß

m_1, m_2 : Masse des Targetatoms, Masse der einfallenden Ions

Θ : Streuwinkel

Vergleichbare Massen der Stoßpartner \longrightarrow erheblicher Energieübertrag
an das Targetatom \longrightarrow **Basis für Sputterprozesse**

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

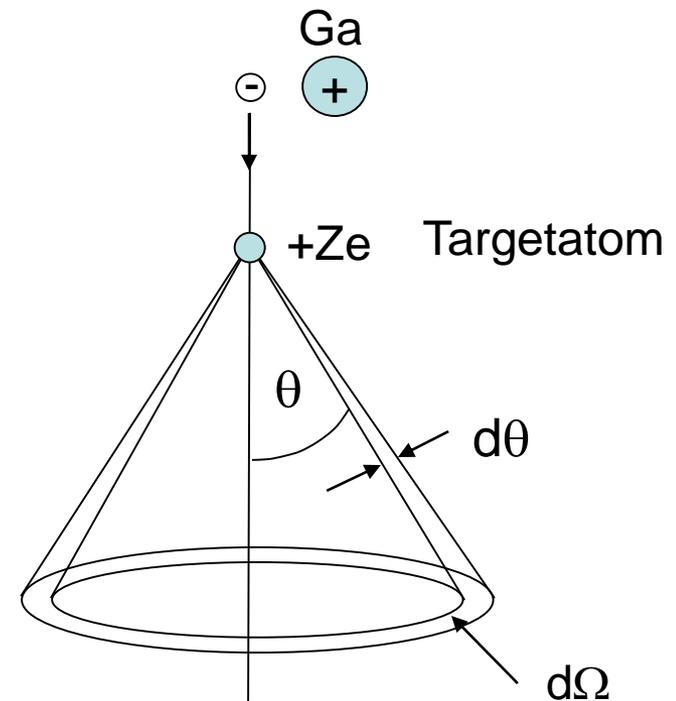
Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

Differentieller Streuquerschnitt (Wahrscheinlichkeit für Streuung in Winkel θ):

Vergleich differentieller Rutherford Streuquerschnitt für *Elektronen* im nicht-abgeschirmten Coulomb Potential eines Atomkerns mit Ladung Z

$$\frac{d\sigma(\theta)}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{4(4\pi\epsilon_0)^2 m^2 v^4} \frac{1}{\sin^4 \frac{\theta}{2}}$$

v, m : Geschwindigkeit und Masse des Elektrons
 Z : Ordnungszahl/Kernladung des Targetatoms



2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

Differentieller Streuquerschnitt eines Ions (z.B. Ga-Ion) mit Kernladung Z_1 und Masse m_1 im nicht-abgeschirmten Coulomb Potential eines (Target)Atoms mit Kernladung Z_2

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{e^4 Z_1^2 Z_2^2}{(4\pi\epsilon_0)^2 16E_0^2} \frac{1}{\sin^4 \frac{\theta}{2}} f(m_1, m_2)$$

$f(m_1, m_2)$ Faktor, der die Massenverhältnisse berücksichtigt in der Größenordnung von 1
 E_0 : kinetische Energie des Projektils (z.B. Ga-Ion)

Insgesamt viel größere Streuwahrscheinlichkeit im Vergleich zu Elektronenstreuung

2) Inelastische Streuung

Streuprozesse zwischen Elektronen des Targetmaterials und Ga^+ -Ionen

- Anregung von gebundenen Elektronen der Targetatome in höhere energetische Zustände **oder Ionisation von Targetatomen**
- Erzeugung von Sekundär- und Rückstreuelektronen → können für Abbildungen genutzt werden

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

3) **Beschreibung der Ionenabbremmung** durch Energieverlust pro Wegstrecke (vergl. Bethe „slowing-down“ Approximation für Elektronen im Festkörper)

$$S_{e,n} = -\frac{1}{N} \left(\frac{dE}{dz} \right)_{e,n} \quad N: \text{Atomdichte des Festkörpers}$$

Ionenabbremmung durch elastische Stöße mit Targetatomen und Wechselwirkung von Ionen mit einem Elektronengas (*Lindhard, Scharff und Schiott. LSS Theorie*)

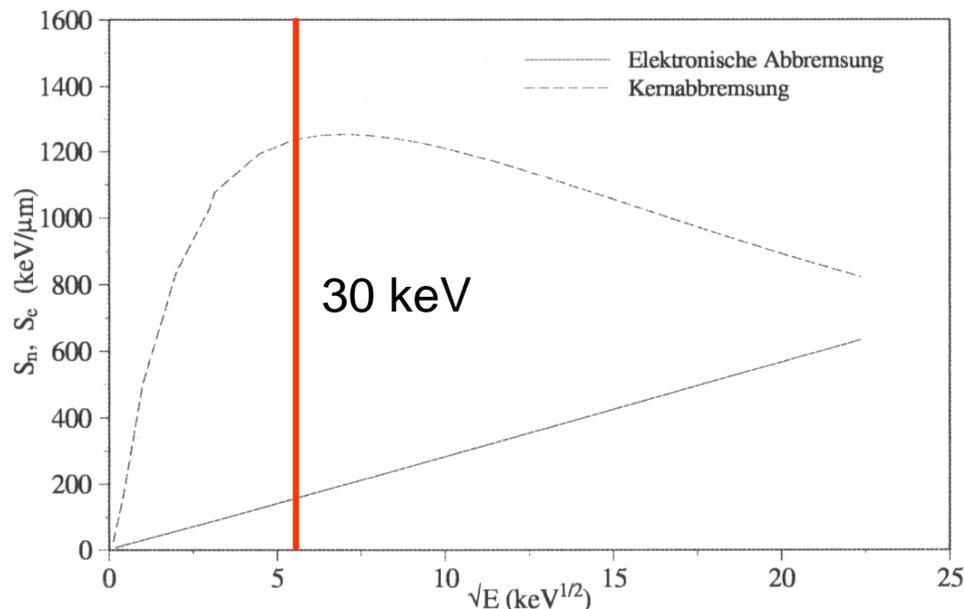
(*Kgl. Danske Videnskab. Selskab. Mat. Fys. Medd. 33, Nr. 14, 1963, S. 1–49*)

- **Kernabbremmung S_n** : Kollisionen zwischen Ion und Targetatomen – Beschreibung durch screened-Rutherford Steuquerschnitt
- **elektronische Abbremsung S_e** : Die Abbremsung durch Kollisionen des Ions mit Elektronen ist proportional zur Ionengeschwindigkeit (für nicht zu hohe Ionengeschwindigkeiten)
- Gültigkeit der LSS Theorie beschränkt auf **amorphe, nanokristalline und polykristalline** Materialien mit **statistischer** Verteilung von Kornorientierungen
- Keine Berücksichtigung von Channelling Effekten in Einkristallen

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

Elektronische Abbremsung und Kernabbremsung für As⁺ Ionen (mit nahezu gleicher Ordnungszahl wie Ga) in Si



Bei relativ niedrigen Energien ist S_e linear zur Ionengeschwindigkeit:

$$S_e \propto \sqrt{E_0}$$

Bei FIB-relevanten Energien dominiert Kernabbremsung!

Abb. 2.1: Kernabbremsung und elektronische Abbremsung für Arsen in Silicium in Abhängigkeit der Energie [14]

S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Abb.2.1

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper

Reichweite der Ionen (zurückgelegter Weg):

$$R_p = \int_{E_0}^0 \frac{dE}{\frac{dE}{dz}_n + \frac{dE}{dz}_e}$$

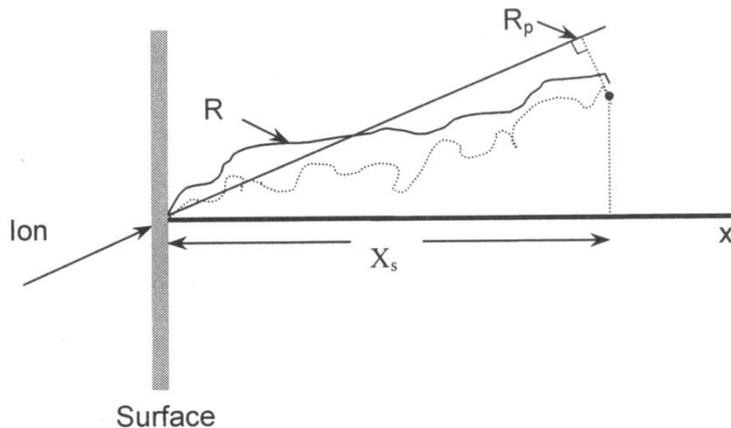


Figure 2-3. A 2D schematic diagram of the path of a single ion that has entered the target at an angle not equal to the surface normal. Note that $R_p = X_s$ only when the incident angle is 0° .
(adapted from Mayer, et al. 1970)

Substrat	R_p	ΔR_p
Silicium	26,8 nm	10,3 nm
Siliciumdioxid	17,8 nm	6,0 nm
Aluminium	19,2 nm	7,2 nm
Galliumarsenid	14,8 nm	8,0 nm
Gold	6,9 nm	5,5 nm

Tabelle 2.1: Reichweitensparameter für die Ionenverteilung von Galliumionen mit einer Energie von 30 keV für verschiedene Substrate [18]

↑
amorphe!

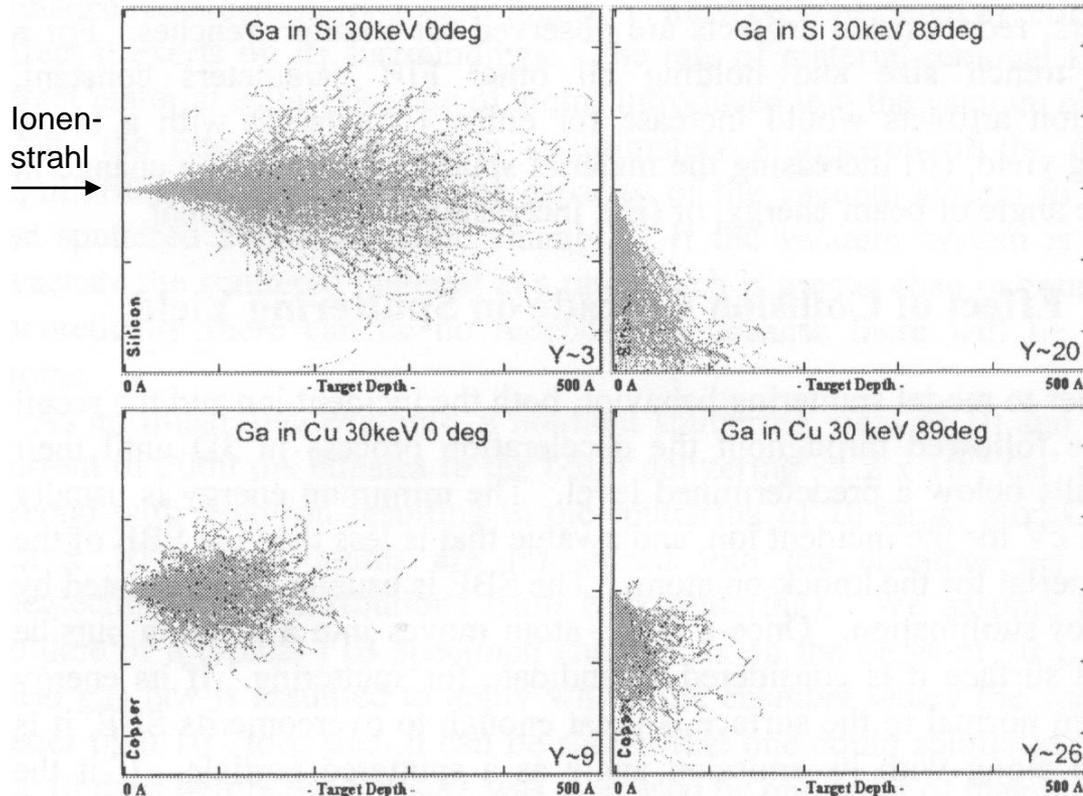
S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Tabelle 2.1

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie,
„Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.2.3

Kleines Wechselwirkungsvolumen im Vergleich zu Elektronen

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper: Monte-Carlo Simulationen



30 keV Ga⁺-Ionen in Si
bei senkrechtem (0°)
streifendem Einfall (89°)

Cu
bei senkrechtem (0°)
streifendem Einfall (89°)

TRIM (MC-Simulation von Ionen-Trajektorien):
Transport of **I**ons in **M**atter
<http://www.srim.org/>

J. Ziegler

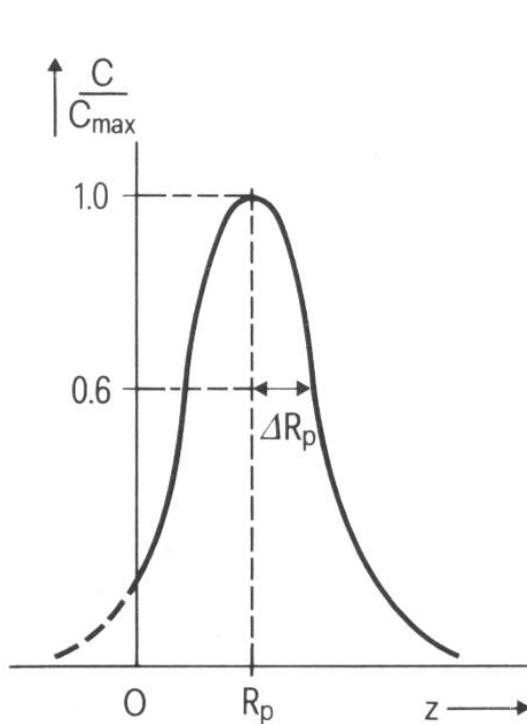
Figure 2-11. TRIM ion trajectories for 500 30 keV Ga⁺ ions in Si and Cu and 0° and 89°.

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.2.11

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper: Implantation

Berechnetes Konzentrationsprofil $C(z)$ implantierter Ionen bei niedriger Ionendosis



$$C(z) = C_{\max} \exp\left(-\frac{1}{2} \left[\frac{z - R_p}{\Delta R_p}\right]^2\right)$$

Gauß Verteilung, da Abbremsung ein statistischer Prozess ist

Fig. 2-56.

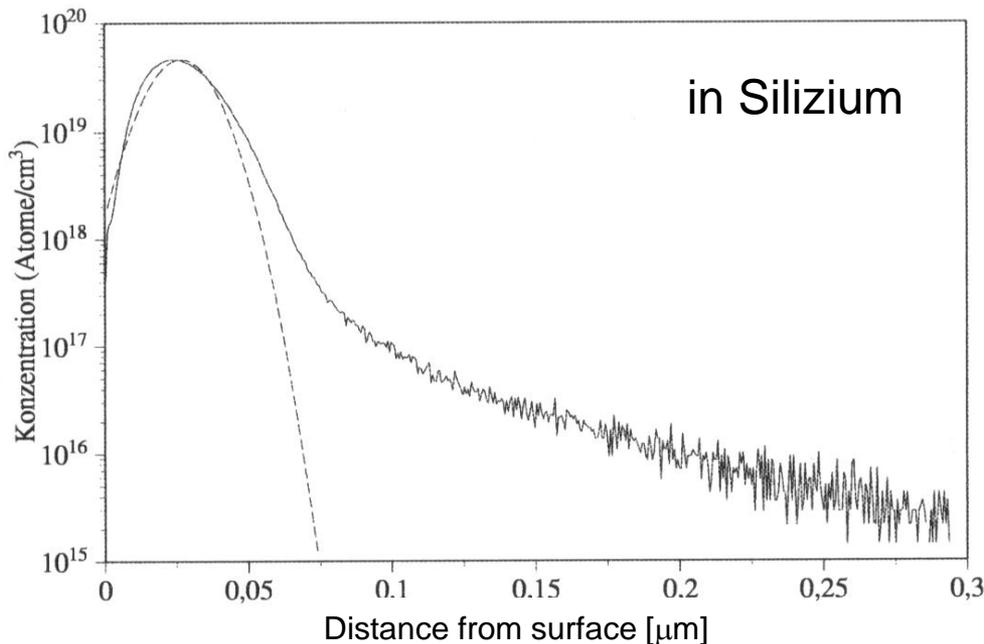
Theoretical Gaussian distribution curve for implanted ions: normalized concentration C as a function of the depth z . Surface at $z = 0$, mean projected range R_p ; standard deviation (range straggling) ΔR_p . The broken part of the curve corresponds to reflected ions.

Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.2.56

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper: Implantation

Gemessenes Konzentrationsprofil $C(z)$ implantierter Ga^+ -Ionen in Silizium



Abweichung von Gauß Verteilung durch

- Rückstreuung an der Oberfläche
- Sputtererosion an der Oberfläche
- Channeling

Abb. 2.2: SIMS-Profil der Galliumkonzentration (durchgezogene Linie) und gaußförmiges Profil (gestrichelte Linie) für Galliumionen mit einer Energie von 30 keV

SIMS: Sekundärionen-Massenspektroskopie

S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Abb.2.2