

Elektronenmikroskopie II

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)

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 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*)

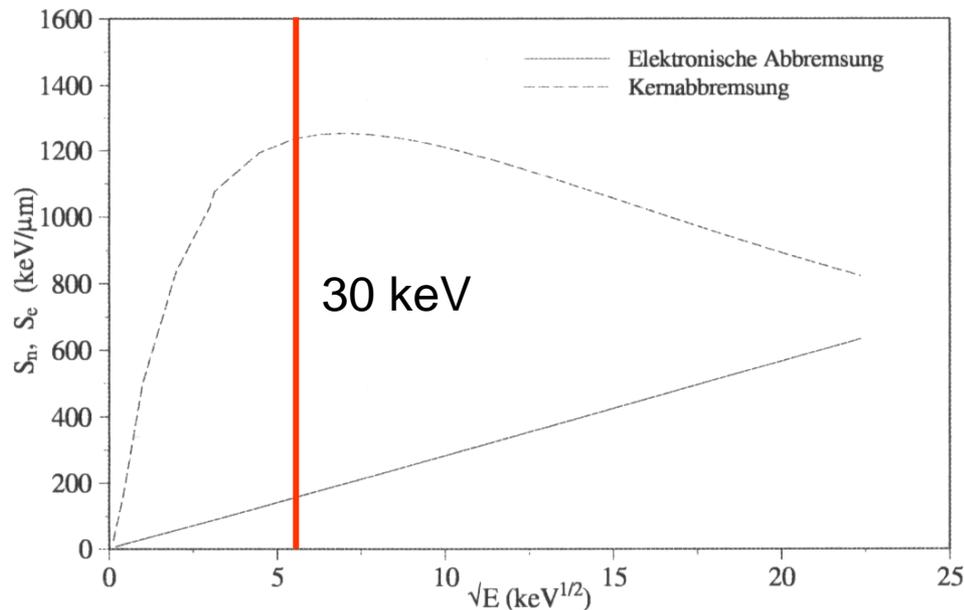
(*Kgl. Danske Videnskab. Selskab. Mat. Fys. Medd.* 33, Nr. 14, 1963, S. 1–49)

- Kernabbremmung S_n : Kollisionen zwischen Ion und Targetatomen – Beschreibung durch screened-Rutherford Steuquerschnitt
- elektronische Abbremmung S_e : Die Abbremmung 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 (S_e) und Kernabbremsung S_n) für As^+ Ionen
(mit nahezu gleicher Ordnungszahl wie Ga) in Si



Bei relativ niedrigen Energien:

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

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):

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

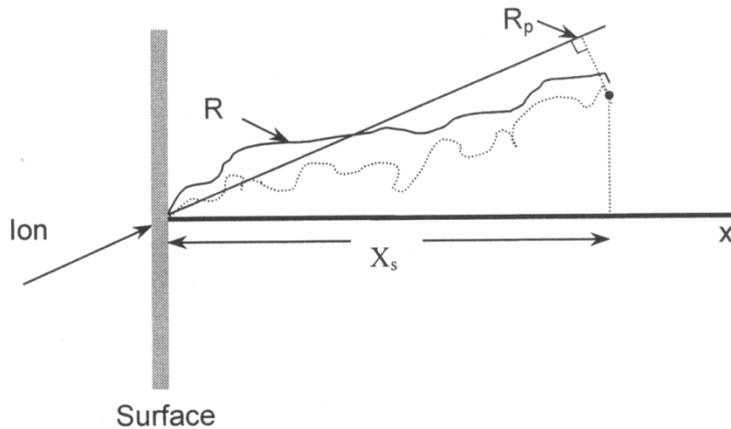


Figure 2-3. A 2D schematic diagram of the path of a single ion that has entered the target at an angle not equal to the surface normal. Note that $R_p = X_s$ only when the incident angle is 0° .
(adapted from Mayer, et al. 1970)

Bei schrägem Primärioneneinfall muss Einfallswinkel in der Berechnung für die Reichweite R_p berücksichtigt werden.

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

Substrat	Reichweite R_p	Halbwertsbreite 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: Reichweiteparameter für die Ionenverteilung von Galliumionen mit einer Energie von 30 keV für verschiedene Substrate [18]

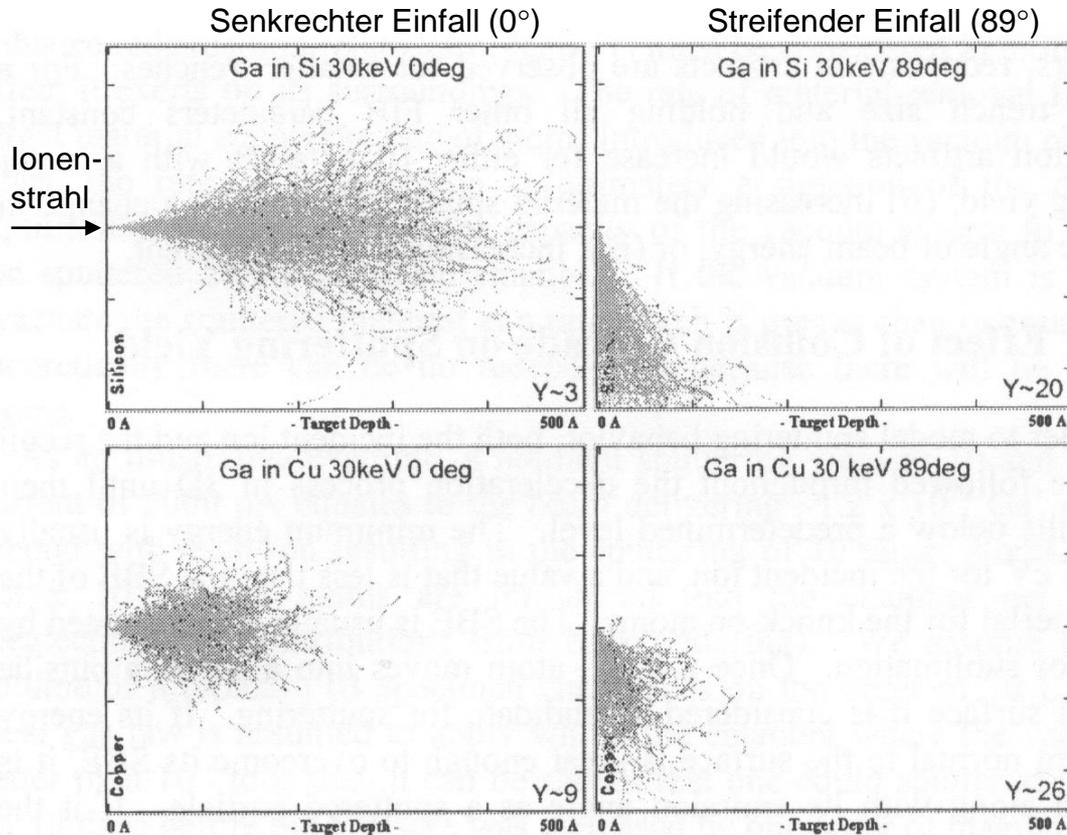
↑
amorphe!

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

Kleines Wechselwirkungsvolumen im Vergleich zu Elektronen

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Wechselwirkung zwischen Ionen und Festkörper: Monte-Carlo Simulationen der Reichweiten für mehrere Ionentrajektorien



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 Ions in Matter

<http://www.srim.org/>

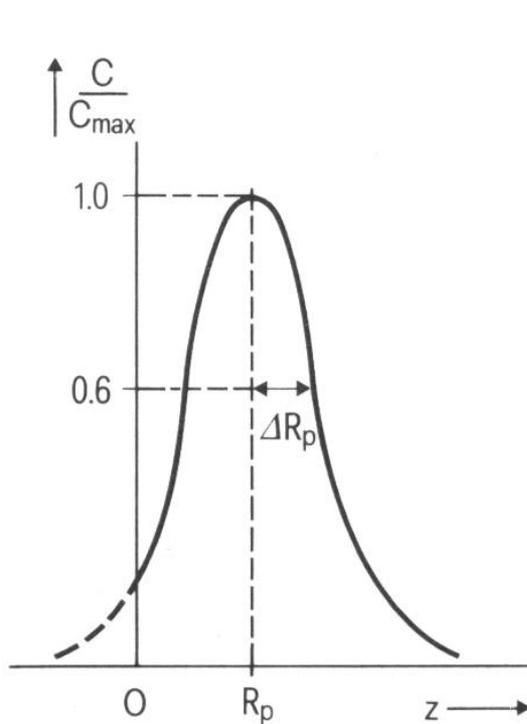
J. Ziegler

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.2.11v

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.

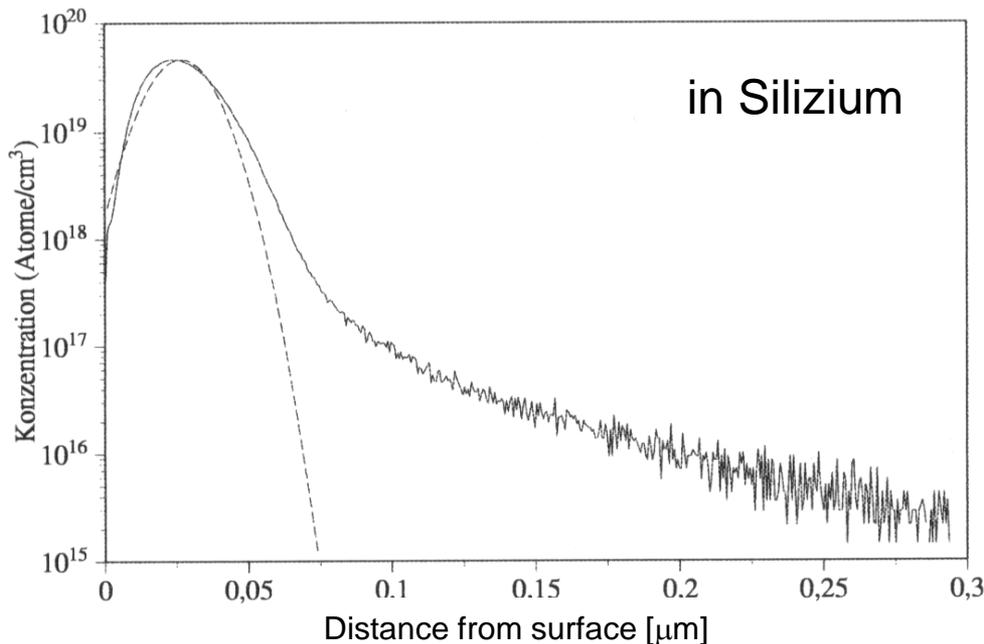
Theoretical Gaussian distribution curve for implanted ions: normalized concentration C as a function of the depth z . Surface at $z = 0$, mean projected range R_p ; standard deviation (range straggling) ΔR_p . The broken part of the curve corresponds to reflected ions.

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
An der Oberfläche durch:
- Rückstreuung an der Oberfläche
 - Sputtererosion an der Oberfläche
- Im Festkörper durch:
- Channeling Prozesse

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, empfindliche Technik um geringe Atomkonzentrationen zu messen (Ga, Si).

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

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Herstellung von Nanostrukturen durch Spattererosion

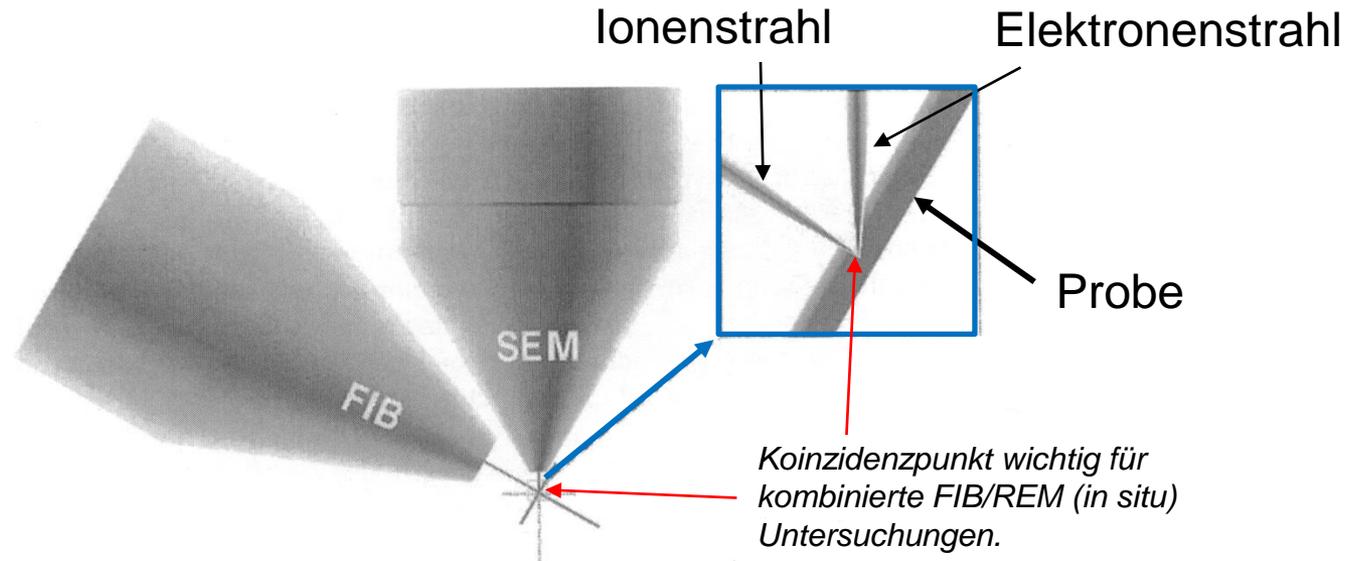


Figure 12-1. A typical dual-beam system configuration. The vertical SEM column and tilted FIB column have a single "coincident" point on the sample. SEM imaging during FIB cross-sectioning enables real-time monitoring of the milling process.

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

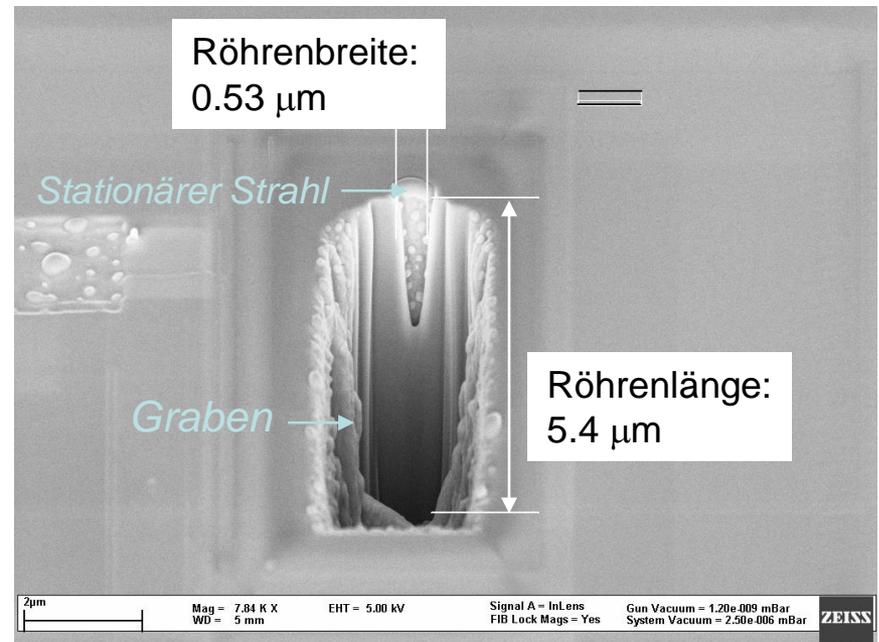
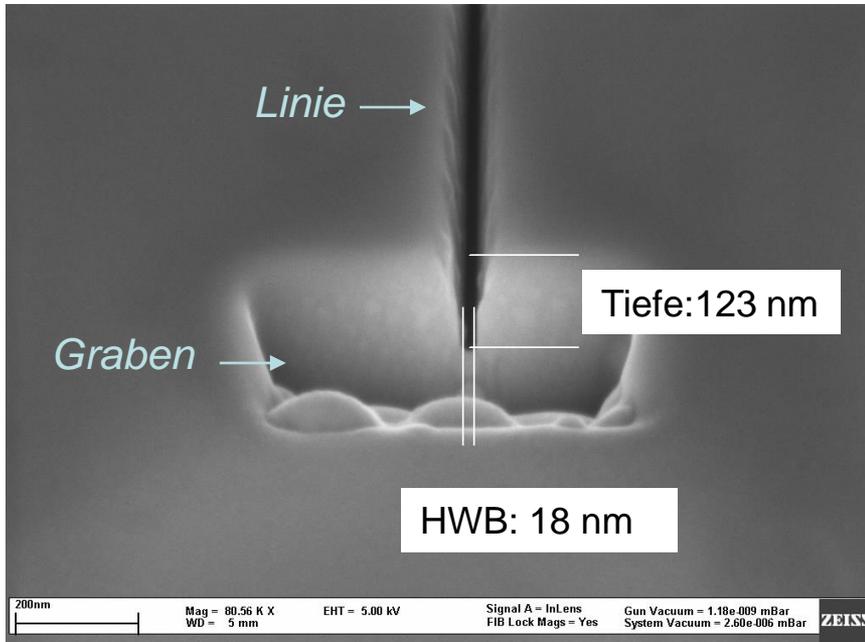
Gleichzeitiger Betrieb von REM (Abbildung) und FIB (Sputtererosion, Abscheidung von Materialien,...)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Herstellung von Nanostrukturen durch Sputtererosion

Test: Bestimmung der Ionenstrahlschärfe

Test: Stationärer Strahl (Sputterprozess)



Aspektverhältnis: 10

- Minimale Strukturgrößen bestimmt durch Ga^+ -Strahlprofil
- Herstellung von Strukturen mit großem Aspektverhältnis von 10 möglich (Aspektverhältnis: Verhältnis von Strukturtiefe/Strukturbreite)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

Sputterrate (Anzahl der abgetragenen Oberflächenatome / Zeit)

$$\frac{dN}{dt} = Y \frac{dN_0}{dt}$$

$\frac{dN_0}{dt}$: Auftreffrate der Primärionen

Y: Sputterausbeute (Anzahl abgetragener Oberflächenatome / Ion)

Abschätzung der Sputterausbeute (Targetmaterial aus einem Element)

$$Y(E_0) \propto \frac{\left[\left(\frac{dE}{dz} \right)_n \right]_{z=0}}{E_b}$$

E_0 : Primärionenenergie

$\frac{dE}{dz}_n$: Kernabbremmung

E_b : Bindungsenergie eines Oberflächenatoms (näherungsweise Sublimationsenergie)

$$E_{b,\text{Si}} = 7.8 \text{ eV}, E_{b,\text{Al}} = 3.8 \text{ eV}$$

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

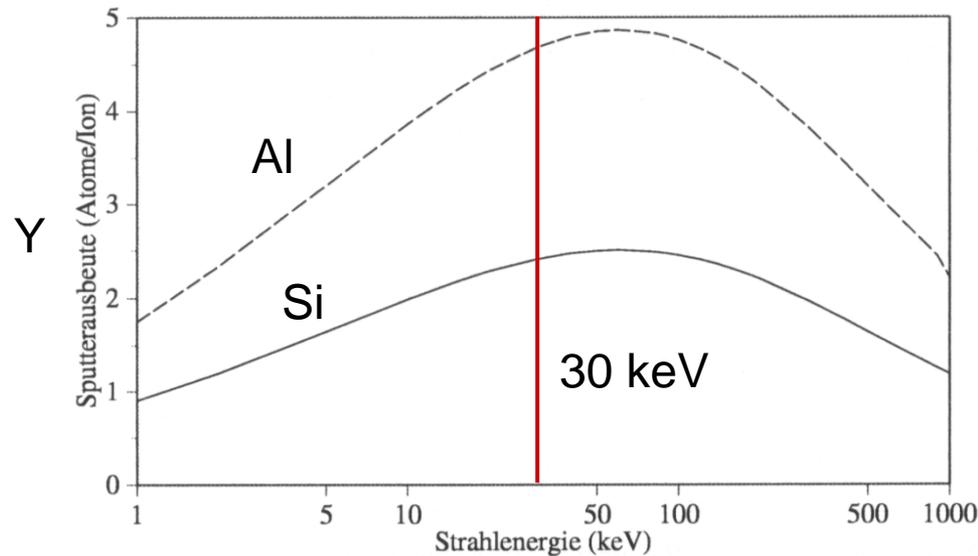


Abb. 2.3: Theoretische Sputterausbeute von Silicium (durchgezogene Linie) und Aluminium (gestrichelte Linie) in Abhängigkeit von der Energie der einfallenden Galliumionen

S. Lipp, „Untersuchungen von Ätz- und Abscheidungsprozessen im fokussierten Ionenstrahl“, Abb.2.3

- Anstieg von Y bei kleinen E_0 durch Zunahme des Energieübertrags an Oberflächenatome
- Abnahme von Y bei größeren Ionenenergien durch Zunahme der Eindringtiefe (reduzierte Streuwahrscheinlichkeit)

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Grundlagen der Sputtererosion

Fig. 2-64.

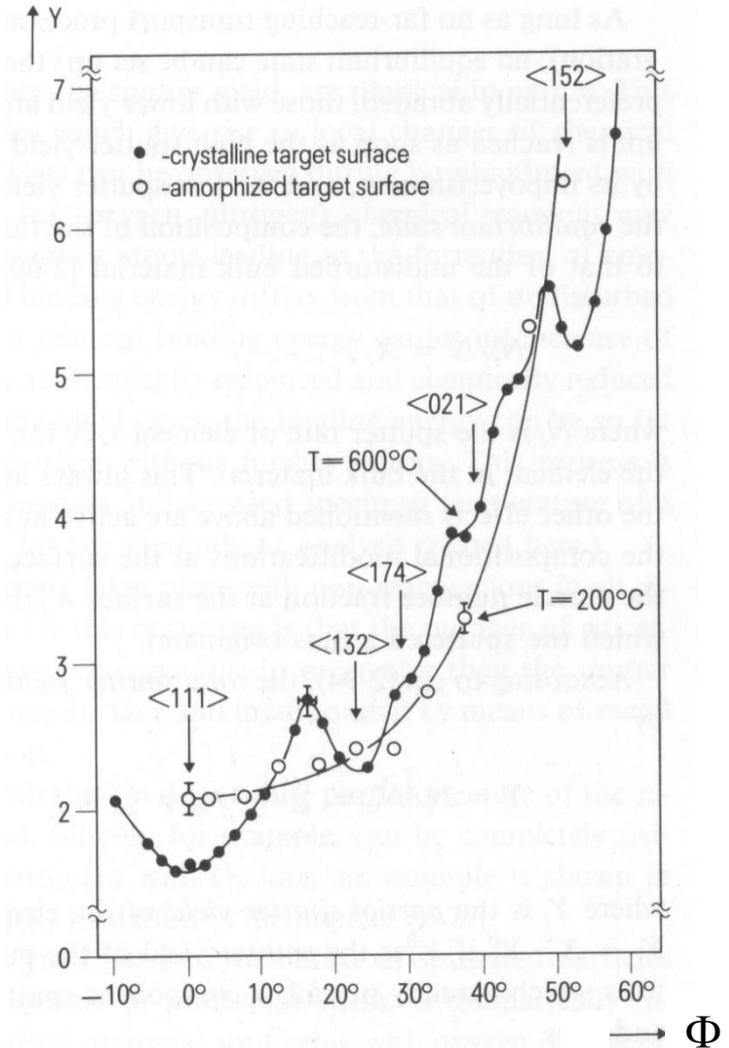
Sputter yield Y (atoms/ion) of an Si (111) surface as a function of the angle of incidence ψ for 30 keV Ar^+ ions; tilt axis $\langle 112 \rangle$ [2-77]. At the lower specimen temperature (200°C) the single crystal surface is amorphized by the ion bombardment.

0 Grad entspricht senkrechtem Einfall

- Sputterausbeute als Funktion des Einfallswinkels Φ bei amorphen Oberflächen

$$Y \propto \frac{1}{\cos \Phi}$$

- bei kristallinen Objekten:
Channeling Effekt bei niedrig indizierten Kristallrichtungen



Fuchs, Oppolzer, Rehme, „Particle Beam Microanalysis“, Abb.2.64

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Sputtererosion unter Channeling Bedingungen

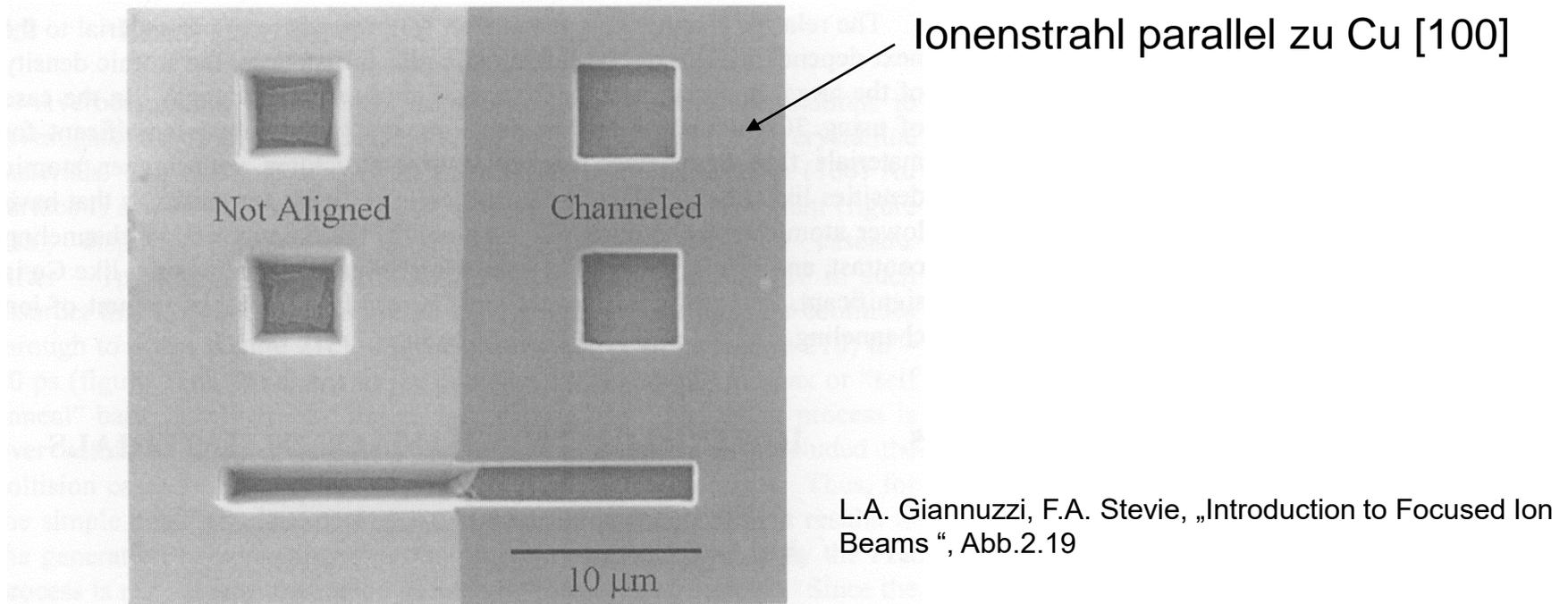


Figure 2-19. Secondary electron FIB image of milled trenches in a Cu bicrystal indicating differences in sputtering yield with channeling effects.

Bessere Qualität der gefrästen Strukturen bei Ausrichtung des Ionenstrahls parallel zu niedrig-indizierter Kristallrichtung, z.B. [100] oder [110]

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Sekundärelektronen (SE) und Abbildung mit SE

- SE Erzeugung durch Ionen in Analogie zu SE Erzeugung durch Elektronen
→ *Ionen-induzierte SE Abbildungen*
- Auflösung begrenzt durch minimalen Ionenstrahldurchmesser von ca. 3-4 nm
- **SE Ausbeute**: Anzahl der Sekundärelektronen/Ga⁺-Ion (auch von Probenaufladung abhängig)

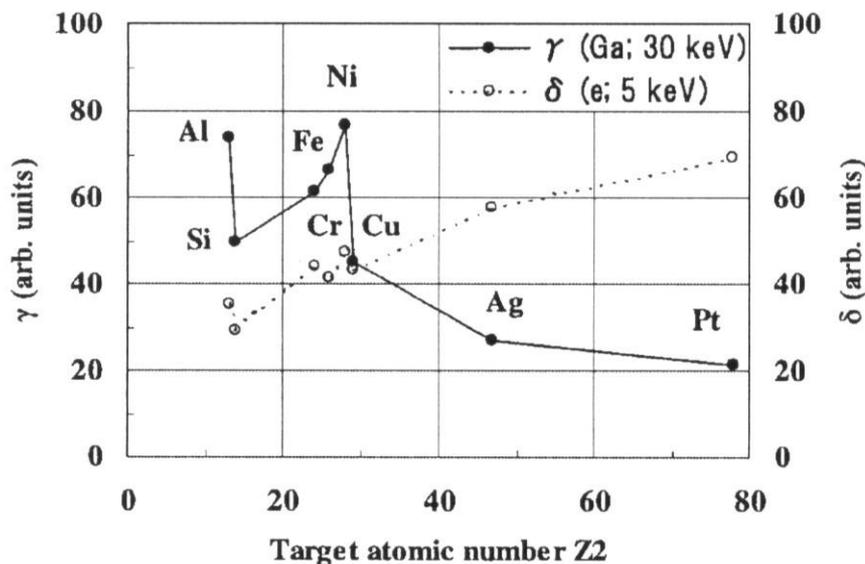


Fig. 1 Relative SE intensities as a function of Z_2 for the Ga-SIM and SEM images.

Ishitani et al., J. Electron Microscopy 51 (4), 207 (2002)

Vergleich SE Ausbeute:
30 keV Ga⁺-Ionen γ
5 keV Elektronen δ

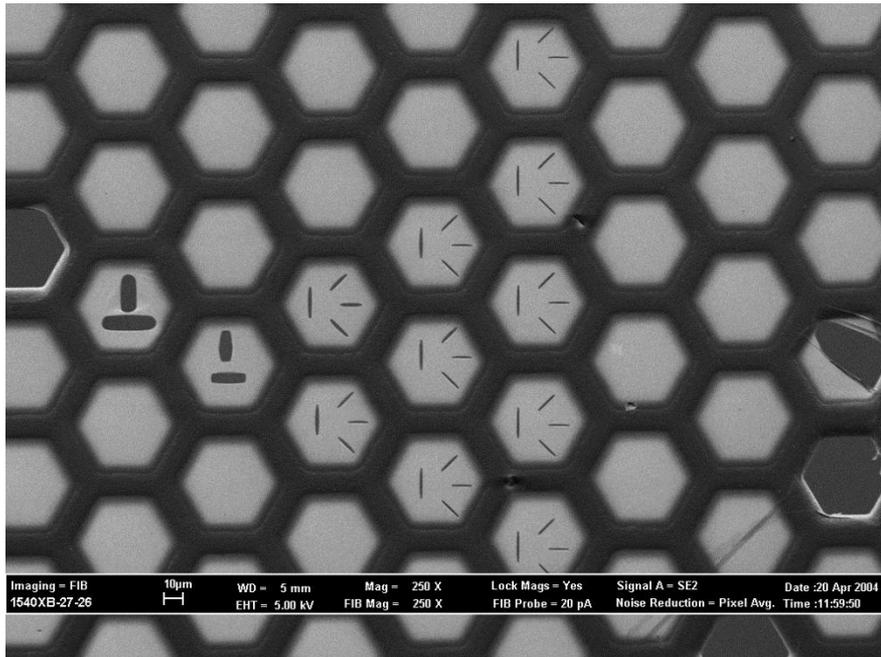
- Ordnungszahlabhängigkeit für SE Ausbeute durch Elektronen und Ga⁺-Ionen gegenläufig
- SE Ausbeute für Ga⁺-Ionen durch Konzentration der Leitungsbandelektronen beeinflusst (vergl. Al, Si, Ni)

→ Weitere Untersuchungen des Verhaltens der SE Emission notwendig

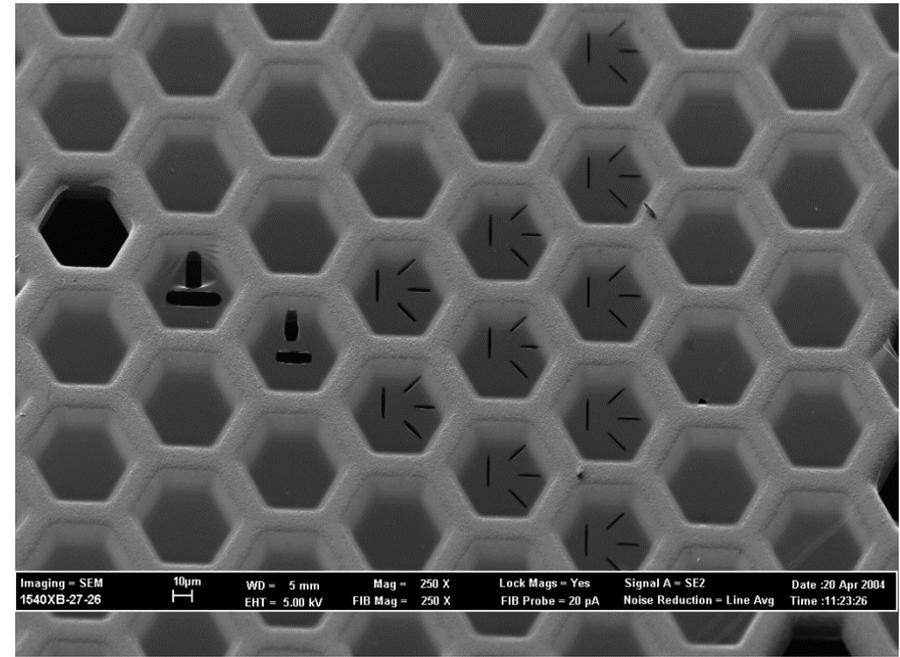
2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Vergleich Ga⁺-induzierte und Elektronenstrahl-induzierte SE Abbildung

$E_{0,Ga} = 30 \text{ keV}$ SE Abbildung



$E_{0,Electronen} = 5 \text{ keV}$ SE Abbildung

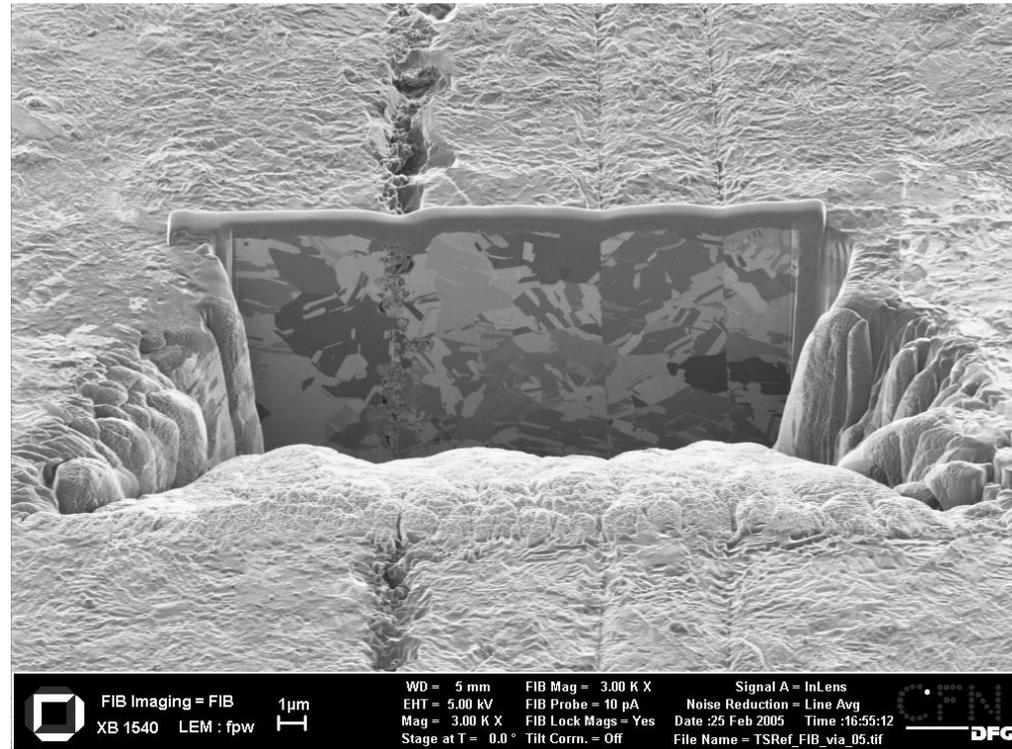


Objekt: ca. 10 nm dünner Kohlenstofffilm auf Cu-Netz

Frage: Warum invertiert SE Kontrast bei Ionen-induzierter SE Abbildung im Vergleich zu Elektronen-induzierter SE Abbildung? Die gefrästen Strukturen im C-Film sind nicht von Interesse.

2. Rasterionenmikroskopie und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Ga⁺-induzierte SE Abbildung: Channeling Kontrast



- Ausgeprägter Channelling Kontrast mit Sekundärelektronen
- geringere Auflösung als bei Elektronenstrahl-induzierter SE Abbildung
- Abbildung mit Schädigung der Oberfläche und Materialabtrag verbunden!

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Gitterdefekten/Schädigung

Anzahl der verlagerten Atome (Abschätzung)

$$N_d = \frac{E_0}{E_b}$$

E_0 : Primärionenenergie

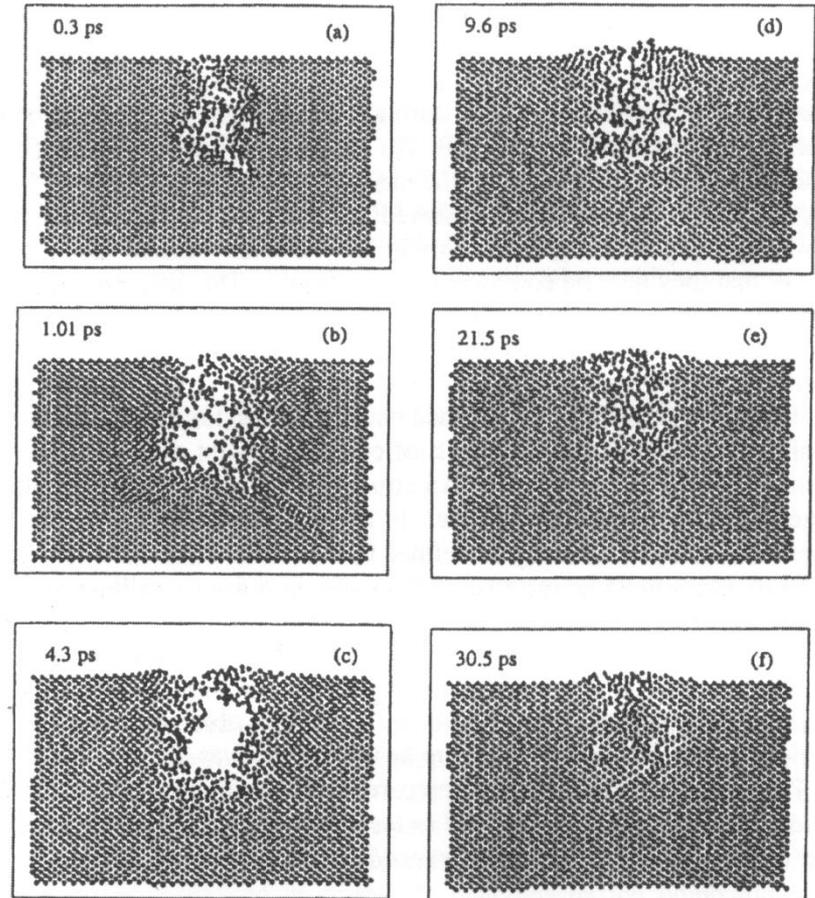
E_b : Bindungsenergie der Atome

- Ein 30 keV Ga⁺-Ionen kann bis zu 1923 Si-Atome verlagern ($E_{b,Si}=15.6$ eV)!
- ein verlagertes Atom mit hinreichend hoher kinetischer Energie kann weitere Atome verlagern → Schädigungskaskade
- Überlappung von Schädigungskaskaden für ca. 10^{14} Ionen/cm²
→ Amorphisierung des Probenmaterials

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Erzeugung von Gitterdefekten/Schädigung

- Primäre Prozesse: Erzeugung von Leerstellen und Zwischengitteratomen (Frenkel Paare), Implantation
- Entstehung einer Schädigungskaskade: Erzeugung von weiteren Defekten durch Zwischengitteratome mit hinreichend großer kinetischer Energie
- Amorphisierung bei Überlappen von Schädigungskaskaden, (Teil)kristallisation ist möglich durch Wärmeerzeugung während der Schädigung



L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.2.21

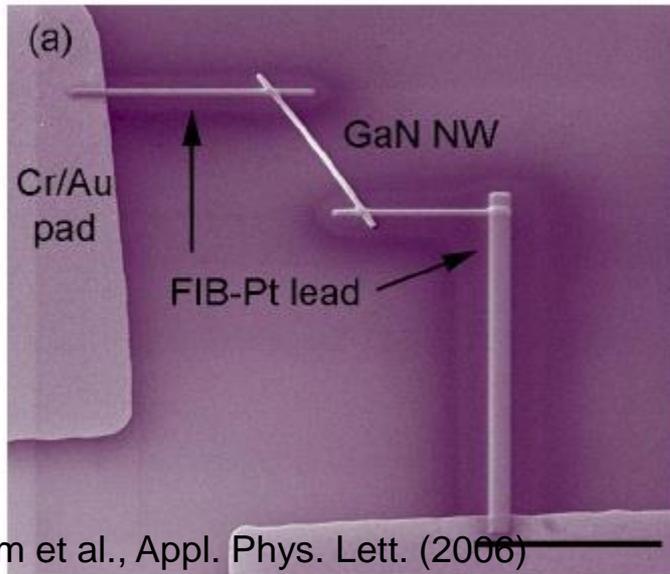
Figure 2-21. MD simulation of a 10 keV Au particle on a (100) Au surface (Averbeck et al., 1994, used with permission, Journal of Applied Physics, © American Institute of Physics)

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

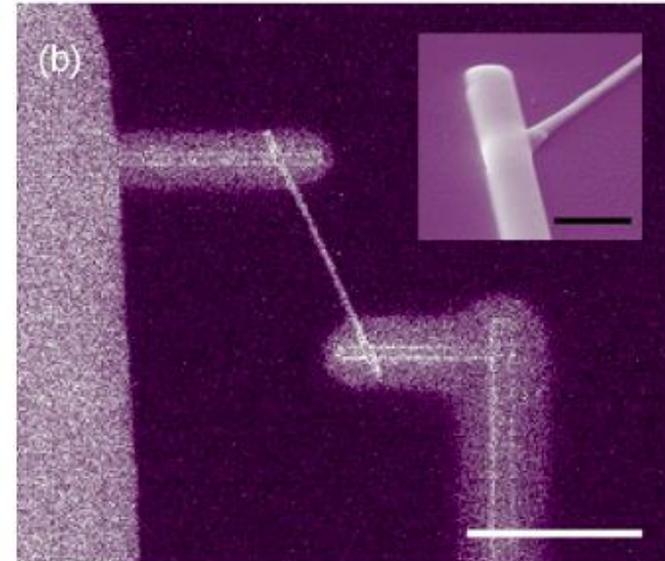
Ionenstrahl (FIB)-induzierte Abscheidung von Materialien

Anwendungen:

- Reparatur von Fotolithographie- und Röntgenmasken
- Modifikation von Bauelementen
- Schutzschichten bei der TEM Probenpräparation mit FIB
- Kontaktierung von Nanostrukturen (z.B. Nanodrähten)
-

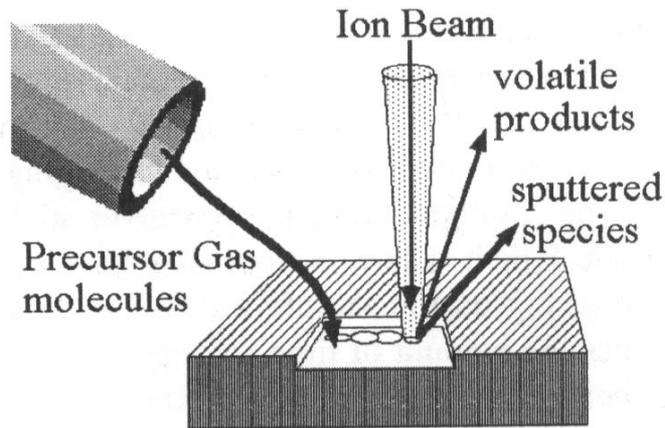


Nam et al., Appl. Phys. Lett. (2006)



2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

FIB-induzierte Abscheidung, FIB-induziertes Ätzen



Zum Beispiel

Vorläufergas für W-Abscheidung: $W(CO)_6$

Vorläufergas für Pt-Abscheidung $(CH_3)_3(CH_3C_5H_4)Pt$

Ätzgas XeF_2 (verstärkt die Sputtererosion, größer Sputterraten)

L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Abb.3.2

Figure 3.2. Schematic drawing of deposition/controlled material removal process. The enhanced etch process is shown. If adsorbed gas decomposes to non-volatile products, then deposition will take place.

- Zufuhr eines Vorläufergases (Precursors) oder eines Ätzgases mit einem Gasinjektionssystem in die Nähe der Probenoberfläche
- Adsorption von Gasmolekülen an der Probenoberfläche
- Wechselwirkung zwischen Ga^+ -Ionen und adsorbierten Molekülen \longrightarrow Zerfall der Gasmoleküle
- Abscheidung nichtflüchtiger Komponenten durch Desorption flüchtiger Anteile des Vorläufergases
- Verstärkter Materialabtrag (Sputtererosion) durch Ätzgas

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

FIB-induzierte Abscheidung

Anzahl abgeschiedener Atome pro Fläche

$$n_{dep} = \int_0^{\tau_V} \eta n_{on}(t) \sigma \frac{i}{e} dt$$

η : Haftwahrscheinlichkeit der Moleküle auf der Oberfläche (≈ 1)

σ : Wirkungsquerschnitt der Moleküle für Ionen-induzierte Dissoziation

i : Stromdichte

n_{on} : Moleküldichte auf der Oberfläche

τ_V : Verweildauer des Ionenstrahls

e : Elementarladung

Berücksichtigung abgetragener Atome n_{sp} für die effektiv abgeschiedene Atomzahl pro Fläche

$$n_{eff} = n_{dep} - n_{sp}$$

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

FIB-induzierte Abscheidung, CAD (computer-aided design) Abscheidung

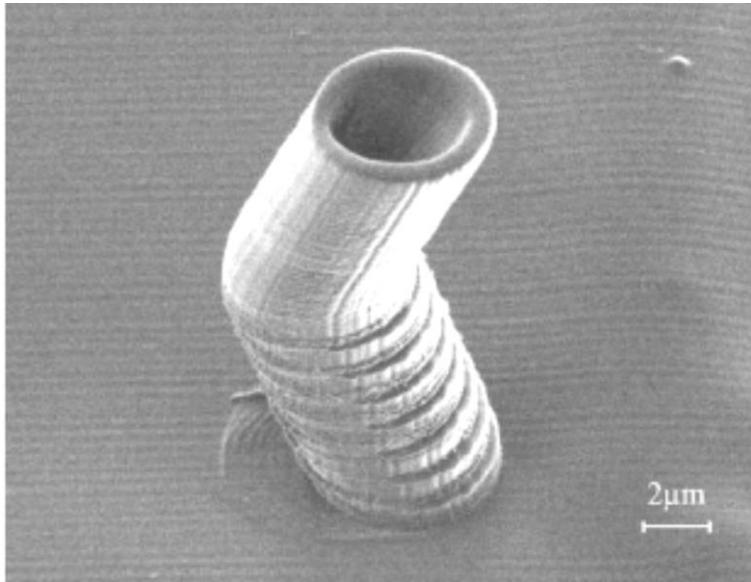


Fig. 4. Bent hollow tube. The outer diameter is $4.8 \mu\text{m}$; total height is $14.5 \mu\text{m}$.

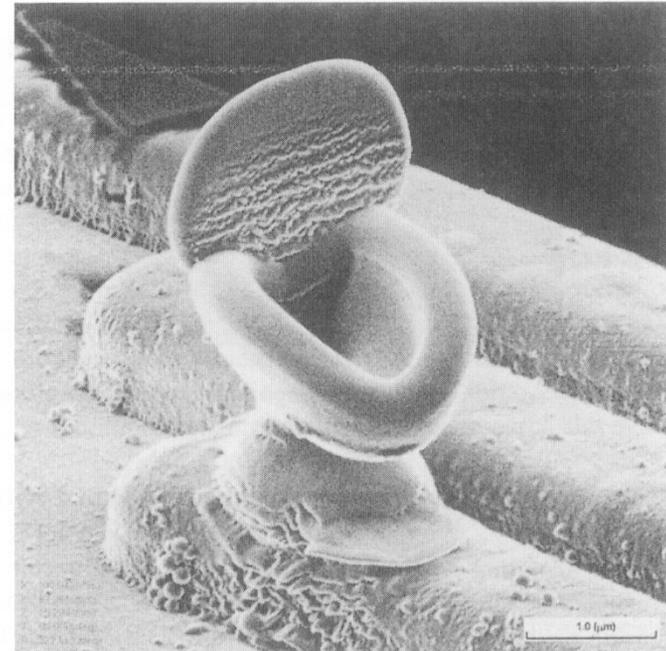


Figure 4-9. 3D FIB fabrication performed automatically from the CAD drawing in figure 8.

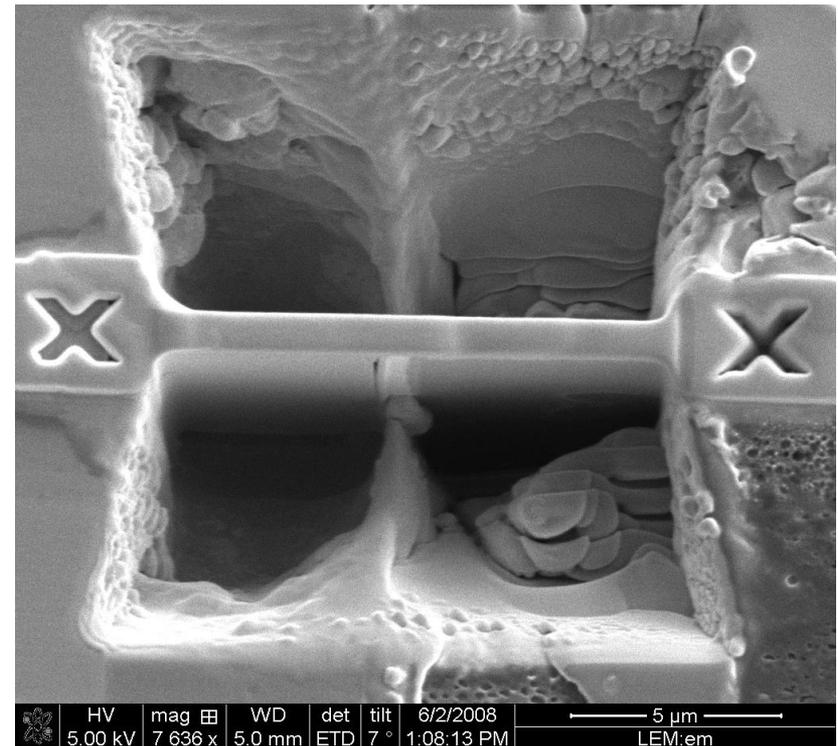
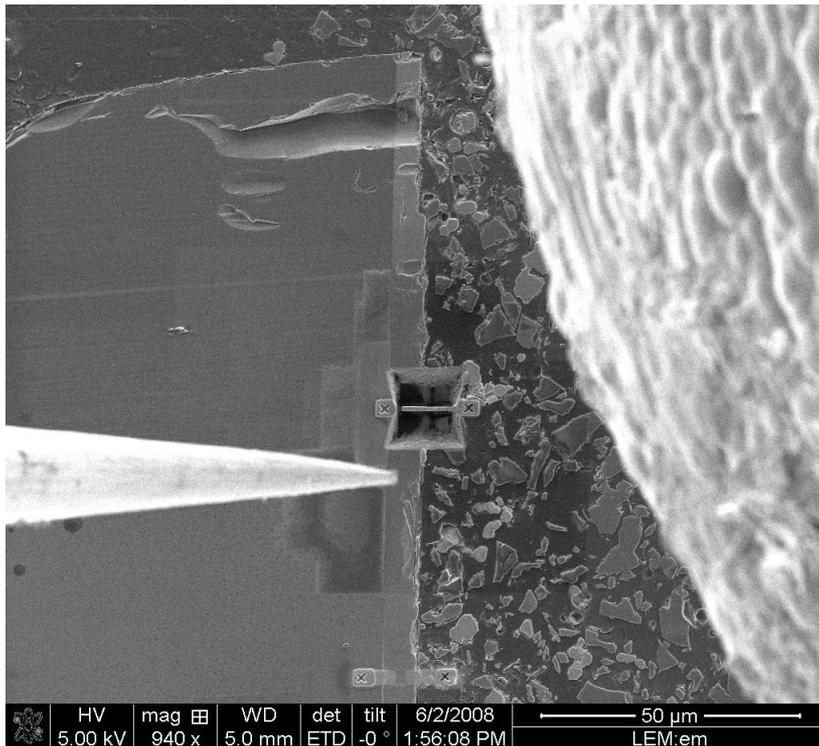
L.A. Giannuzzi, F.A. Stevie, „Introduction to Focused Ion Beams“, Fig. 4.9

2. FIB/SEM Probenpräparaton für TEM

<https://www.youtube.com/watch?v=we-vnBZDe5w>

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

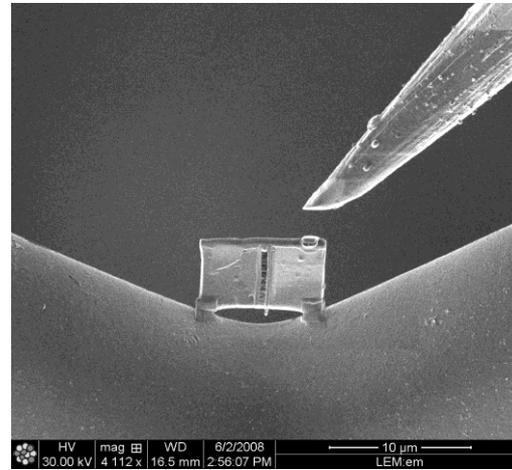
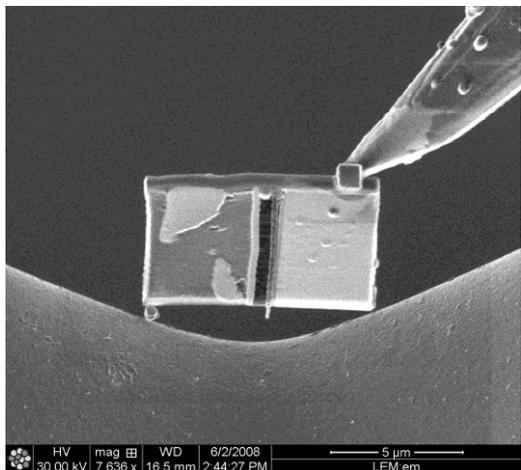
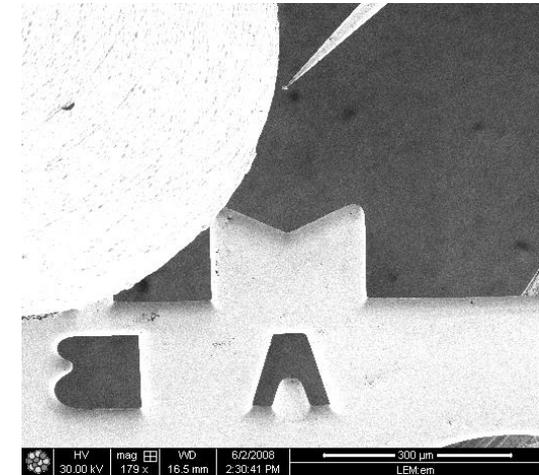
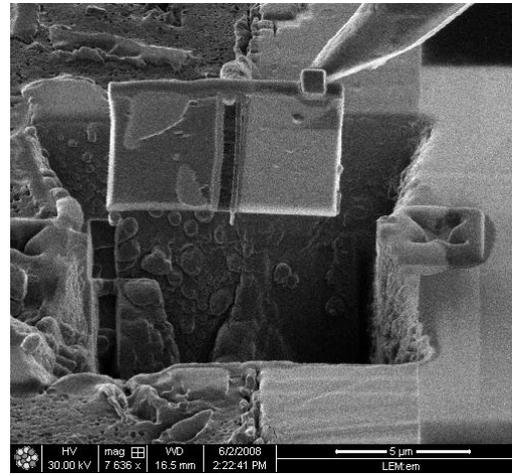
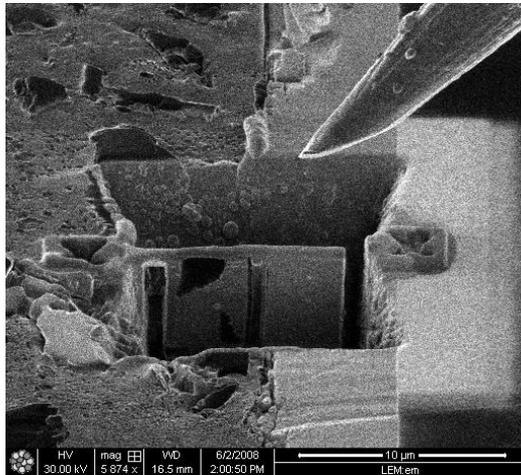
Zielpräparation von elektronentransparenten Proben für die Transmissions-
elektronenmikroskopie aus einem kleinen Bereich einer makroskopischen
Probe



E. Müller, LEM

2. Abbildung und Strukturierung mit fokussierten Ionenstrahlen

Zielpräparation von elektronentransparenten Proben für die (Raster)Transmissionselektronenmikroskopie



E. Müller, LEM

Am Ende weitere Dünnung (Politur) bis auf ca. 50 – 100 nm Dicke mit niederenergetischen Ga⁺-Ionen unter streifendem Einfall

Zusammenfassung

Elektronenstrahlithographie

- Rasterelektronenmikroskope können zur Herstellung von Nanostrukturen mit minimalen Strukturgrößen (Linien) von (im besten Fall) 10 nm genutzt werden
- Elektronenstrahlithographie ist nicht geeignet für die Herstellung einer großen Anzahl gleicher Strukturen, da die Elektronenstrahlithographie ein serieller Prozess ist

Rasterionenmikroskopie

- Rasterionenmikroskope sind vielseitig einsetzbar und werden meistens in Kombination mit Rasterelektronenmikroskopen betrieben (*FIB/SEM-Systeme*)
- Komplexe Wechselwirkung von Ionen mit Festkörpern
- Bei Ionenenergien bis 30 keV sind elastische Stöße mit Atomkernen dominant im Vergleich zu Wechselwirkung mit den Elektronen der Probe → kleines Wechselwirkungsvolumen von Ionen im Vergleich zu Elektronen
- Der hoher Energieübertrag bei elastischen Stößen von Ionen mit Atomkernen ist die Basis für Sputterprozesse, die zur Mikro- und Nanostrukturierung eingesetzt werden können
- Ionen werden implantiert → gezielte Dotierung von Halbleitern möglich
- Ionen-induzierte Sekundärelektronen können zu SE Abbildungen verwendet werden; die SE-Ausbeute verhält sich anders als bei Elektronen-induzierter SE Erzeugung