

Hilmar Hoffmeister

Energiegefilterte Rückstreuелеktronen-  
Abbildung und -Spektroskopie  
im Rasterelektronenmikroskop

2003



Experimentelle Physik

Energiegefilterte Rückstreuelektronen-  
Abbildung und -Spektroskopie  
im Rasterelektronenmikroskop

Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Naturwissenschaften im Fachbereich Physik  
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

vorgelegt von  
Hilmar Hoffmeister  
aus Lüdinghausen  
-2003-

Dekan:	Prof. Dr. H. Zacharias
Erster Gutachter:	Prof. Dr. H. Kohl
Zweiter Gutachter:	Prof. Dr. G. Schmitz
Tag der mündlichen Prüfung(en):	22.07.03 & 23.07.03
Tag der Promotion:	23.07.03





Eine Frage hätte ich da noch...  
(Inspektor Columbo)

# Inhaltsverzeichnis

<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>1 Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie</b>	<b>3</b>
1.1 Elastische Streutheorie . . . . .	3
1.2 Unelastische Streutheorie . . . . .	5
1.3 Elektronendiffusion . . . . .	8
1.3.1 Elektronenreichweite . . . . .	9
1.3.2 Rückstreuelektronen . . . . .	10
1.3.3 Probenaufladung . . . . .	12
1.3.4 Winkelverteilung . . . . .	13
1.3.5 Austrittstiefen . . . . .	14
1.3.6 Energieverteilung . . . . .	17
1.4 Tiefeninformationen . . . . .	18
1.4.1 Spektroskopische Methoden . . . . .	18
1.4.2 Variation der Primärenergie . . . . .	21
<b>2 Monte-Carlo Simulation</b>	<b>23</b>
2.1 Theorie . . . . .	24
2.2 Massive Proben . . . . .	24
2.3 Energie- und Austrittstiefenverteilung der BSE . . . . .	27
2.4 Austrittstiefen- und Winkelverteilung der BSE . . . . .	31

2.5	Freitragende Schichten . . . . .	34
2.6	Mehrfachschichtsysteme . . . . .	35
2.6.1	Schichtdickenbestimmung . . . . .	38
2.6.2	Energiegefilterte Abbildung . . . . .	40
2.7	Dreidimensionale Verteilung der Umkehrpunkte . . . . .	47
2.8	Signal eines Topdetektors bei Variation der Primärenergie . . . . .	49
<b>3</b>	<b>Spektroskopie im Rasterelektronenmikroskop mittels eines toroi- dalen Sektorfeld-Spektrometers</b>	<b>54</b>
3.1	Meßaufbau . . . . .	55
3.1.1	Anodenstrommessung . . . . .	58
3.1.2	Einzelpulzzählung . . . . .	60
3.2	Geometrische Eigenschaften des Spektrometers . . . . .	65
3.3	Elektronenoptische Eigenschaften des Spektrometers . . . . .	71
3.3.1	Experimentelle Überprüfung des Fokus . . . . .	77
3.4	Transmissionsfunktion, Auflösung und Spektrometerkonstante . . . . .	79
3.5	Bestimmung des Arbeitsabstandes . . . . .	83
3.6	Einfluß der Blendenöffnungsbreiten . . . . .	84
3.7	Einfluß des Spektrometerpotentials auf den Primärelektronenstrahl . . . . .	86
3.8	Elektrodentypen . . . . .	87
3.9	Stabilitätskorrektur der Spektren . . . . .	88
<b>4</b>	<b>Experimentelle BSE-Spektren</b>	<b>90</b>
4.1	Probenpräparation . . . . .	90

4.2	Spektren massiver Proben . . . . .	92
4.3	Überprüfung des Monte-Carlo Modells an Reinelementen . . . . .	95
4.4	Zweischichtsysteme . . . . .	97
4.5	Dreischichtsysteme . . . . .	100
4.6	Überprüfung des Monte-Carlo Modells an Zwei- und Dreischichtsystemen . . . . .	102
4.7	Schichtdickenmeßmethode mittels Eichung . . . . .	105
<b>5</b>	<b>Energiegefilterte BSE-Abbildung</b>	<b>109</b>
5.1	Modellpräparate . . . . .	110
5.2	Halbleiter . . . . .	113
<b>6</b>	<b>Spezielle Anwendungen</b>	<b>118</b>
6.1	Diffusionskontrast . . . . .	118
6.2	Hochauflösende BSE-Abbildung . . . . .	120
6.3	Quantitative Bestimmung des Materialkontrastes . . . . .	121
6.3.1	Monte-Carlo Simulation der Kontraste in Abhängigkeit von der Strukturgröße . . . . .	121
6.3.2	Experimentelle Messung der Kontraste in Abhängigkeit von der Ordnungszahl bei <i>Low-Loss</i> -Filterung der BSE . . . . .	125
6.4	Kristallorientierungskontrast . . . . .	126
6.5	Spektren von Isolatoren . . . . .	129
	<b>Zusammenfassung</b>	<b>131</b>
	<b>A Winkelverteilungen</b>	<b>135</b>
	<b>B Faltung</b>	<b>137</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>139</b>



# Einleitung

Zur korrekten Auswertung rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen ist ein genaues Verständnis der in der Probe stattfindenden physikalischen Prozesse nötig. Bei diesen Prozessen handelt es sich um Wechselwirkungen der Primärelektronen mit den Atomen des bestrahlten Objektes. Lassen sich die Wechselwirkungsmechanismen in ausreichendem Maße beschreiben, können, basierend auf den theoretischen Modellen des Systems, neue Abbildungs- und meßtechnische Möglichkeiten gefunden werden. Neben den vielen bekannten Untersuchungsmethoden wie der Bestimmung der Rückstreuoeffizienten der Sekundär- (SE) und Rückstreuelektronen (BSE), der Transmissionskoeffizienten oder der Röntgenanalyse, sind spektroskopische Methoden wie die Spektroskopie der rückgestreuten Elektronen ein wesentliches Mittel, Informationen über die im Rasterelektronenmikroskop (SEM) zu analysierenden Objekte zu erhalten. Die Anwendung toroidaler Sektorfeld-Spektrometer in der Rasterelektronenmikroskopie nach der Idee von Rau [2] ermöglicht erstmals, neben der Aufnahme von Rückstreuelektronenspektren, die Abbildung mit Hilfe von Rückstreuelektronen, die bezüglich ihrer Energie bandpaßgefiltert sind.

Das sich daraus ergebende Ziel dieser Arbeit ist es, ein solches Rückstreuelektronen-Spektrometer zu entwickeln, um damit einerseits die vorhandenen physikalischen Modelle zu testen. Andererseits soll mit Hilfe dieser Modelle ein auf der Energiefilterung der BSE basierendes neues Abbildungs- und Analyseverfahren entwickelt werden, das mit Hilfe der Energiefilterung eine tiefenselektive Analyse und Abbildung möglich macht.

Für den Einsatz in einem Hitachi S4000 Rasterelektronenmikroskop wurde ein toroidales Sektorfeld-Spektrometer entwickelt und auf seine Eigenschaften hin untersucht. Damit experimentell erzeugte Spektren und energiegefilterte Abbildungen werden auf ihre speziellen Eigenschaften und ihren Informationsgehalt hin untersucht.

Die Wechselwirkungen der Elektronen mit dem Vielteilchensystem Festkörper sind

mit Hilfe der Quantenmechanik beschreibbar. Jedoch ist eine unmittelbare analytische Lösung der aufzustellenden Vielteilchen-Schrödingergleichungen aufgrund der großen Anzahl der Variablen nicht möglich. Bei der Bewegung eines Elektrons im Festkörper handelt es sich jedoch um einen stochastischen physikalischen Prozeß. Dabei können den einzelnen Ereignissen theoretisch oder empirisch bestimmte Wahrscheinlichkeitsverteilungen zugeordnet werden. Daher können mit Hilfe der Methode der Monte-Carlo Simulation Vorhersagen über die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen an rückgestreuten Elektronen getroffen werden. Darüber hinaus ist es möglich, weitergehende, experimentell nicht oder nur schwer zugängliche Informationen, wie zum Beispiel Tiefeninformationen, zu erhalten. Für diese Aufgabenstellung wurde daher das Monte-Carlo Simulationsprogramm MOCASIM von Reimer [65] modifiziert und weiterentwickelt.



# Kapitel 1

## Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie

Die für das Verständnis dieser Arbeit wichtigen Wechselwirkungsprozesse sind die elastische und unelastische Streuung der eingestrahnten Elektronen im Objekt. Daher werden in diesem Kapitel die für die Themenstellung relevanten theoretischen Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie kurz dargestellt. Dabei genügt es zumeist, die Wechselwirkung mit dem Vielteilchensystem Festkörper auf Einzelatomprozesse zu reduzieren. Darauf aufbauend werden elektronenmikroskopische Begriffe und Größen wie die Elektronendiffusion, -reichweite und -emission eingeführt und erklärt. Ausgehend von den Wechselwirkungen der Strahlelektronen mit dem Objekt wird der theoretische Hintergrund einer neuen Meßmethode zur quantitativen Analyse von Mehrschichtsystemen entwickelt. Weitere ausführliche Darstellungen zur Streutheorie und zum Aufbau eines Rasterelektronenmikroskopes sind in der Standardliteratur zu finden [66].

### 1.1 Elastische Streutheorie

Die elastische Streuung des Primärelektrons (PE) an einem von der Atomhülle abgeschirmten Atomkern wird von der anziehenden Coulombwechselwirkung bestimmt. Ein einfacher Ansatz zur Beschreibung eines abgeschirmten Kernpotentials ist das Wentzel-Modell [91]

$$V(r) = -\frac{e^2 Z}{4\pi\epsilon_0} \frac{e^{-r/R_a}}{r} \quad (1.1)$$

mit der Kernladungszahl  $Z$ , dem Abstand des Elektrons vom Atomkern  $r$  und einem Abschirmradius der Atomhülle  $R_a = a_H Z^{-1/3}$  mit dem Bohrschen Radius  $a_H = h^2 \varepsilon_0 / \pi m_0 e^2 = 0.0529$  nm. Aufgrund des Massenverhältnisses eines Kerns zum Elektron von mindestens 1836 : 1 liegt die bei der Streuung auf den Atomkern übertragene Energie in der Größenordnung von wenigen meV und kann daher vernachlässigt werden. Das Lösen der zeitunabhängigen Schrödingergleichung in Bornscher Näherung ergibt den differentiellen elastischen Streuquerschnitt

$$\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} = \frac{e^4}{16(4\pi\varepsilon_0)^2} \left(\frac{Z}{E}\right)^2 \frac{1}{[\sin^2(\theta/2) + \sin^2(\theta_o/2)]^2} \quad (1.2)$$

mit der Energie  $E$  des einfallenden Elektrons und dem charakteristischen Winkel  $\theta_o = \lambda/2\pi R_a$ , wobei  $\lambda = h/mv$  die de Broglie Wellenlänge des einfallenden Elektrons ist. Für große Streuwinkel geht dieser Ausdruck über in den bekannten Rutherford'schen Streuquerschnitt  $d\sigma_{Ruth}/d\Omega$ . Sind die Voraussetzungen für die 1. Bornsche Näherung nicht erfüllt, beziehungsweise bei der Verwendung kleiner Energien und hoher Ordnungszahlen findet Gleichung (1.2) keine experimentelle Bestätigung, da die für diese Fälle relevante Spin-Bahn Kopplung nicht berücksichtigt wird. Zur Einbeziehung des Einflusses des Spins und kinematisch relativistischer Effekte wird die Pauli-Dirac-Gleichung gelöst, die mit Hilfe der Partialwellenmethode auf die Mott'schen Streuquerschnitte führt [50]. Da jedoch keine analytischen Ausdrücke der Mott-Streuquerschnitte existieren, werden sie zumeist numerisch bestimmt [76] und zu einem Korrekturterm  $r(\theta)$  zusammengefaßt, der das Verhältnis der Mott'schen Streuquerschnitte zu den Rutherford'schen Streuquerschnitten aufzeigt

$$\frac{d\sigma_{Mott}}{d\Omega} = r(\theta) \frac{d\sigma_{Ruth}}{d\Omega}. \quad (1.3)$$

Abbildung 1.1 zeigt das Verhältnis  $r(\theta)$  von Mott- zu Rutherfordstreuquerschnitten bei Energien von 1–100 keV von C, Al, Cu und Au, wobei  $r(\theta) = 1$  einer Übereinstimmung von Mott- und Rutherfordstreuquerschnitten entspricht. Für schwere Elemente bzw. geringe Elektronenenergien sind starke Abweichungen von  $r(\theta) = 1$  zu erkennen. Diese Streuquerschnitte bestimmen die Winkelverteilung und die mittlere freie Weglänge der elastischen Streuung (siehe Kapitel 2.1). Durch Integration wird der totale Wirkungsquerschnitt

$$\sigma_{Mott} = \int_0^\pi \frac{d\sigma_{Mott}}{d\Omega} 2\pi \sin \theta d\theta \quad (1.4)$$

bestimmt.

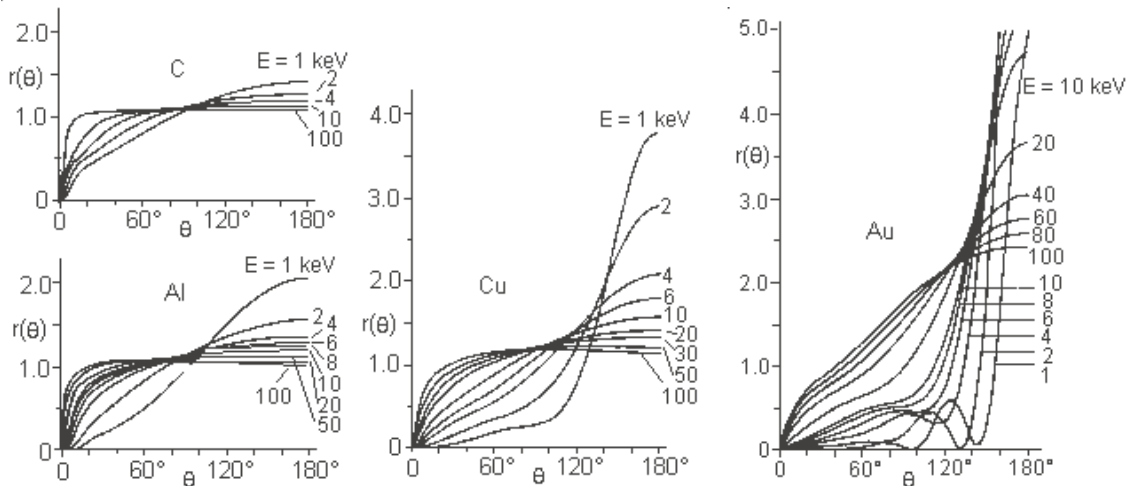


Abbildung 1.1: Verhältnis  $r(\theta)$  von Mott- zu Rutherfordstreuquerschnitten bei Energien von 1–100 keV von C, Al, Cu und Au [66]. Für  $\theta \rightarrow 0^\circ$  geht  $r(\theta)$  gegen 0, da die unabschirmten Rutherfordstreuquerschnitte hier eine Singularität aufweisen.

## 1.2 Unelastische Streutheorie

Die unelastische Streuung und der damit verbundene Energieverlust  $\Delta E$  des Primärelektrons resultieren aus verschiedenen Anregungsprozessen der Elektronen im Festkörper. Die wichtigsten sind

- die Anregung von Plasmonen und Intra- bzw. Interbandanregungen,
- die Compton-Streuung von quasifreien Elektronen,
- und die Innerschalenionisation.

Für diese Streuprozesse können doppelt differentielle Streuquerschnitte  $\frac{d^2\sigma_{un}}{d\Omega dE}$  angegeben werden. Diese Wirkungsquerschnitte bestimmen die Winkelverteilung und die mittlere freie Weglänge der unelastisch gestreuten Elektronen (siehe Kapitel 2.1). Mit Hilfe des Doppelintegrals

$$\sigma_{un} = \int_0^\pi \int_0^E \frac{d^2\sigma_{un}}{d\Omega dE} 2\pi \sin\theta d\theta dE \quad (1.5)$$

wird der totale unelastische Wirkungsquerschnitt bestimmt. Auf die Herleitung dieser Streuquerschnitte wird im Folgenden jedoch nicht weiter eingegangen. Eine zusammenfassende Darstellung der Interbandübergänge und Plasmonenanregung fin-

det man bei Raether [57]. Egerton [19] liefert eine Darstellung der Innerschalenionisation für die Elektronen-Energieverlust-Spektroskopie (EELS). Das Verhältnis des totalen unelastischen Wirkungsquerschnittes zum totalen elastischen ist von der Ordnungszahl  $Z$  abhängig [18]

$$\frac{\sigma_{un}}{\sigma_{el}} \approx \frac{20}{Z}. \quad (1.6)$$

Darüber hinaus ist die Streuung der Primärelektronen aufgrund der Delokalisation der Atomhülle überwiegend auf Winkel  $\Delta E/2E \leq 0.5^\circ$  beschränkt. Die Ablenkung der PE im Objekt wird also in erster Linie von der elastischen Streuung bestimmt. Auf dem Weg des Primärelektrons durch den Festkörper findet eine Vielzahl von unelastischen Streuprozessen statt, wobei die niederenergetischen Energieverluste bis 50 eV dominieren. Daher kann es sinnvoll sein, von einem kontinuierlichen mittleren Energieverlust  $dE$  pro zurückgelegtem Wegelement  $ds$  auszugehen, der als Bremsvermögen bezeichnet wird. Bethe [10] liefert für das Bremsvermögen  $S$  (*Stopping Power*) in der *Continuous Slowing Down Approximation* (CSDA)

$$S = \left| \frac{dE_m}{ds} \right| = \frac{4\pi e^4 N_A \rho}{(4\pi \epsilon_0)^2 A E} \sum_{n,l} f_{nl} \ln \frac{E}{E_{nl}}. \quad (1.7)$$

Dabei ist  $N_A$  die Avogadrokonstante,  $\rho$  die Dichte,  $A$  die relative Atommasse des Targetatoms,  $f_{nl}$  die Oszillatorstärke und  $E_{nl}$  die Ionisierungsenergie der Unterschale  $n,l$ . Für nichtrelativistische Energien und ein mittleres Ionisationspotential  $J \ll E \ll m_0 c^2$  kann das Bremsvermögen  $S$  zu

$$S = \left| \frac{dE_m}{ds} \right| = \frac{2\pi e^4 N_A \rho Z}{(4\pi \epsilon_0)^2 A} \frac{1}{E} \ln \left( b \frac{E}{J} \right). \quad (1.8)$$

vereinfacht werden. Das elementspezifische mittlere Ionisationspotential kann durch die semi-empirische Formel

$$J = 9.76Z + 58.8Z^{-0.19} \quad \text{für } Z \geq 7 \quad \text{und} \quad J = 11.5Z \quad \text{für } Z \leq 6 \quad (1.9)$$

mit  $J$  in eV approximiert werden [9]. Für den Faktor  $b$  findet man in der Literatur drei Werte:

$b = 1$  in der klassischen Theorie [14],

$b = 2$  in der semi-klassischen Theorie [12] und

$b = \sqrt{e/2} = 1.166$  in der quantenmechanischen Theorie [11].

Da sich  $b$  im logarithmischen Term von Gleichung (1.8) befindet, haben die unter-

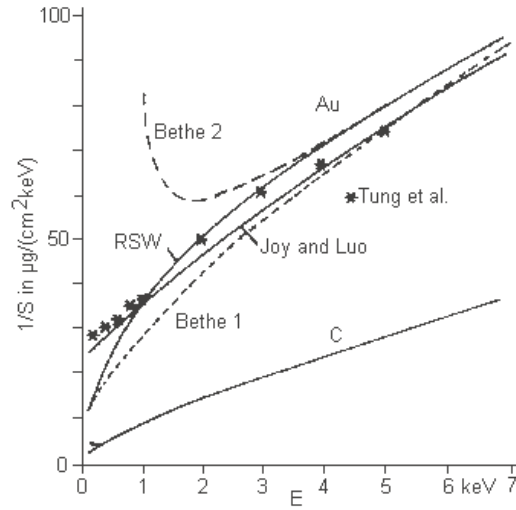


Abbildung 1.2: Inverses Bremsvermögen  $1/S(E)$  von C und Au berechnet nach Gl. (1.7) als Bethe 1, nach Gl. (1.8) als Bethe 2, nach Gl. (1.11) als RSW, nach [40] als Joy and Luo und nach Berechnungen von Tung [87].

schiedlichen Werte von  $b$  nur einen geringen Einfluß. Mit  $dx = \rho ds$  als Massendickenelement wird das Bremsvermögen in der Regel in der Form

$$S = \left| \frac{dE_m}{dx} \right| = 7.85 \cdot 10^{-2} \frac{Z}{AE} \ln \left( b \frac{E}{J} \right) \quad (1.10)$$

mit  $E$  und  $J$  in keV und  $S$  in  $\text{keV cm}^2 \mu\text{g}^{-1}$  angegeben. Wird jedoch die Voraussetzung von Gleichung (1.8) verletzt, wird  $S$  für  $0 < E < J/1.166$  negativ, was einem Energiegewinn des eingestrahlteten Elektrons entspricht, der physikalisch nicht möglich ist. Rao-Sahib und Wittry [58] schlagen daher einen parabolischen Ansatz zur Erweiterung des mittleren Energieverlustes pro Wegelement für den Bereich unterhalb einer Energie von  $E/J = 6.3$  vor

$$S = \left| \frac{dE_m}{dx} \right| = 6.24 \cdot 10^{-2} \frac{Z}{A\sqrt{EJ}}. \quad (1.11)$$

Dabei geht  $S \rightarrow \infty$  für  $E \rightarrow 0$ . Es existieren weitere empirische Ansätze für die Approximation des Bremsvermögens, zB. von Joy und Luo [40] oder Zhenyu und Yancai [96], jedoch hat sich der Ansatz von Sao und Wittry in vielen Monte-Carlo Simulationen als günstig erwiesen, wie zB. bei Love *et al.* [47], Kotera *et al.* [43], Salvat und Paralleda [77] und Reimer [65]. Abbildung 1.2 zeigt exemplarisch das inverse

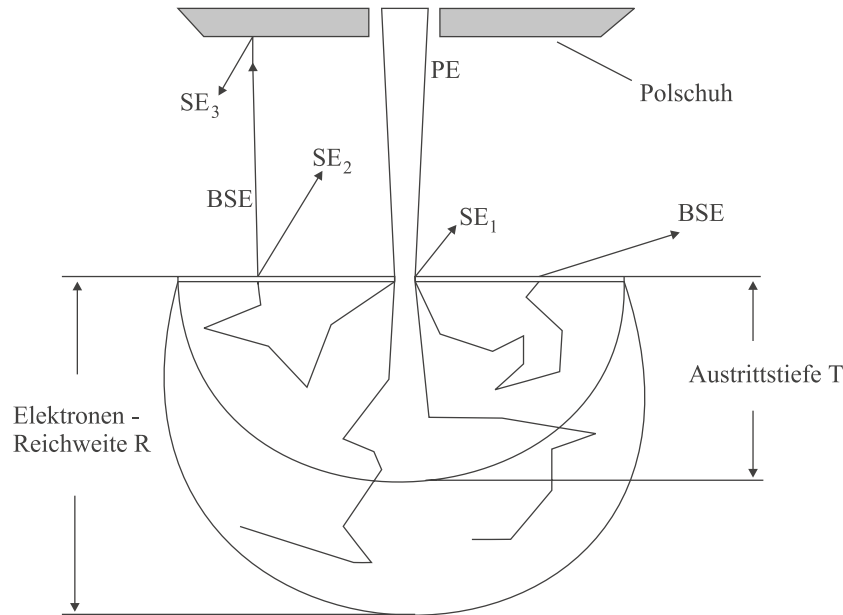


Abbildung 1.3: Anregung von Rückstreuelektronen (BSE) und verschiedener Arten von Sekundärelektronen (SE) in einer schematischen Darstellung der Elektronendifusionswolke.

Bremsvermögen der unterschiedlichen Ansätze für Au und C. Der Zusammenhang zwischen der mittleren Energie eines Elektrons und dessen im Objekt zurückgelegten Weg dient in Kapitel 1.4.1 als Basis weiterer Überlegungen.

### 1.3 Elektronendifusion

Als Folge der elastischen Wechselwirkungsprozesse, die in große Streuwinkel erfolgen, und des Energieverlustes durch die unelastische Streuung bildet sich eine ausgedehnte, aber räumlich begrenzte Diffusionswolke der Primärelektronen (PE) im Festkörper aus. Die Größe und Form der Wolke ist entsprechend Kapitel 1.1 und 1.2 abhängig von der Energie der PE und der Dichte des Objektes. Eine schematische Darstellung einer Diffusionswolke ist in Abbildung 1.3 gezeigt. Man erkennt die Elektronenreichweite  $R$ , die Anregung von Rückstreuelektronen (BSE) und verschiedener Arten von Sekundärelektronen (SE) und die Austrittstiefe  $T$  der Rückstreuelektronen, die im Folgenden erläutert werden.

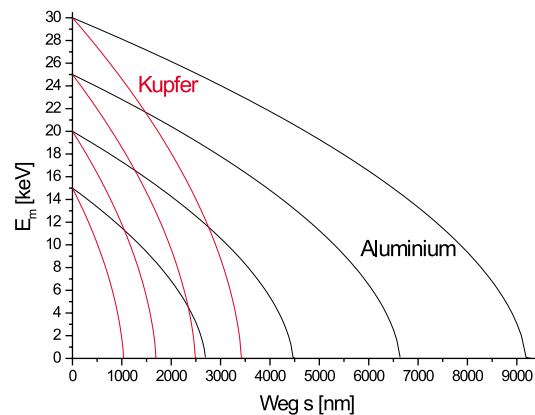


Abbildung 1.4: Mittlere Elektronenenergie  $E_m(s)$  für Kupfer und Aluminium bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie.

### 1.3.1 Elektronenreichweite

Die Länge des gesamten mittleren Weges eines Elektrons im Objekt wird als Bethe Reichweite  $R_B$  bezeichnet. Die Bestimmung von  $R_B$  geschieht durch numerische Integration des Bremsvermögens nach Gleichung (1.8) und führt auf die mittlere Energie-Weglängen Relation  $E_m(s)$ , wobei die Extrapolation auf  $E_m(s) = 0$  die maximale Reichweite  $R_B$  ergibt. In Abbildung 1.4 ist  $E_m(s)$  für Kupfer und Aluminium bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie dargestellt. Durch die Streuprozesse im Objekt werden die Elektronen jedoch in ihrer Flugrichtung verändert, was zur Folge hat, daß die maximale Reichweite im Festkörper zumeist kleiner ist als die Bethe Reichweite. Die experimentelle Bestimmung der maximalen Reichweite der Primärelektronen im Objekt kann durch Messung der Transmissionskoeffizienten  $T = I/I_0$  geschehen. Dabei wird entweder die Massendicke  $x = \rho s$  des Objektes bei konstanter Primärenergie  $E_0$  variiert und die Reichweite  $R_{max}$  der Elektronen im Objekt aus dem Abfall von  $T(x, E_0) \rightarrow 0$  bestimmt. Andererseits kann auch die Primärenergie bei konstanter Massendicke der Folie  $x_0$  variiert und das zur Energie  $E$  gehörige  $R_{max}$  bestimmt werden, bei dem  $T(x_0, E) \rightarrow 0$  geht. Wird der lineare Teil der Transmissionskurve  $T(x, E)$  extrapoliert und der Schnittpunkt mit der Abszisse für die Definition der Reichweite herangezogen, so spricht man von der praktischen oder extrapolierten Reichweite  $R_E$  für Messungen mit konstanter Energie und variablen Massendicken, bzw  $R_x$  für Messungen mit konstanter Foliendicke

und variabler Energie. Ebenso können Reichweiten  $R_p$  und  $R_m$  aus der Extrapolation der Abnahme der wahrscheinlichsten Energie  $E_p(x)$  oder der mittleren Energie  $E_m(x)$  der transmittierten Elektronen auf  $E_p$  bzw.  $E_m \rightarrow 0$  bestimmt werden. Dabei entspricht  $E_p$  dem Maximum der Energieverteilung  $dN(E)/dE$  der transmittierten Elektronen und

$$E_m = \int_0^{E_0} E \cdot \frac{dN(E)}{dE} dE \bigg/ \int_0^{E_0} \frac{dN(E)}{dE} dE \quad (1.12)$$

der mittleren Energie der transmittierten Elektronen. In der Regel haben die unterschiedlichen Reichweiten durch die unterschiedlichen Meßmethoden verschiedene Werte. So wird zum Beispiel von Drescher [17] die Reichweite  $R_E$  mit

$$R_E = 100 \cdot E^{1.43} / \rho \quad \text{für } E = 10 - 100 \text{keV} \quad (1.13)$$

angegeben, Libby [46] gibt die Reichweite  $R_x$  mit

$$R_x = 200/3 \cdot E^{1.67} / \rho \quad \text{für } E = 10 - 200 \text{keV} \quad (1.14)$$

an, dabei ist  $R$  jeweils in nm wenn  $E_0$  in keV eingesetzt wird. Die Größenordnung der Eindringtiefen der Primärelektronen ist ein Maß für Ausdehnung der in der Abbildung 1.3 dargestellten Diffusionswolke.

### 1.3.2 Rückstreuelektronen

Gelangt ein Primärelektron durch Streuung wieder zur Oberfläche und ist seine Restenergie groß genug, das Oberflächenpotential zu überwinden, verläßt es das Objekt als Rückstreuelektron (BSE). Der Anteil der Primärelektronen, die das Objekt als Rückstreuelektronen wieder verlassen, wird als Rückstreukoeffizient  $\eta$  bezeichnet. Darüber hinaus können durch Ionisationsprozesse in der Diffusionswolke Sekundärelektronen (SE) erzeugt werden. Werden diese von den Primärelektronen erzeugt, werden sie als  $SE_1$  bezeichnet, durch Rückstreuelektronen im Objekt erzeugte Sekundärelektronen werden  $SE_2$  genannt (siehe Abb. 1.3). SE haben definitionsgemäß eine Energie von weniger als 50 eV. Der Anteil der  $SE_1$  und  $SE_2$  relativ zur Anzahl der Primärelektronen wird als Sekundärelektronenausbeute  $\delta$  bezeichnet

$$\eta = \frac{N_{BSE}}{N_{PE}} \quad \delta = \frac{N_{SE}}{N_{PE}}. \quad (1.15)$$

Dabei ist  $N_{BSE}$  die Zahl der Rückstreuelektronen,  $N_{SE}$  die Zahl der Sekundärelektronen und  $N_{PE}$  die der Primärelektronen. Abbildung 1.5 a) zeigt die von Reimer



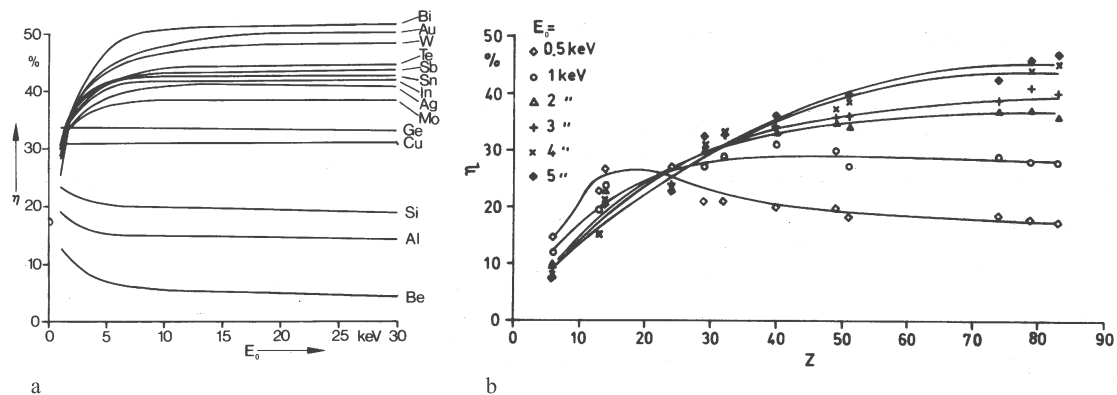


Abbildung 1.5: Abhängigkeit des Rückstreukoeffizienten  $\eta$  von a) der Primärenergie  $E_0$  [72] und b) der Ordnungszahl  $Z$  [13].

und Tollkamp [72] gemessenen Rückstreukoeffizienten von verschiedenen massiven Objekten in Abhängigkeit von der Primärenergie. Man erkennt, daß  $\eta$  im Bereich von  $E_0 = 10 - 100$  keV annähernd unabhängig von der Primärenergie ist. Abbildung 1.5 b) zeigt die Messung der Rückstreukoeffizienten bei verschiedenen Primärenergien in Abhängigkeit von der Ordnungszahl  $Z$  von Böngeler *et al.* [13]. Bei Primärenergien  $E_0 \geq 5$  keV zeigt sich ein monotoner Anstieg des Rückstreukoeffizienten mit wachsender Ordnungszahl  $Z$ .

Der Rückstreukoeffizient ist ebenfalls vom Neigungswinkel  $\phi$  der Probe abhängig [17]. Dabei ist  $\phi$  der von der Oberflächennormalen und dem Primärelektronenstrahl eingeschlossene Winkel. Arnal *et al.* [3] geben eine empirische Formel zur Berechnung des Rückstreukoeffizienten in Abhängigkeit von  $\phi$  und  $Z$  an

$$\eta(Z, \phi) = (1 + \cos \phi)^{-9/\sqrt{Z}}. \quad (1.16)$$

Die Abhängigkeit dieser Koeffizienten von der Ordnungszahl  $Z$  und dem Neigungswinkel  $\phi$  bestimmen die wesentlichen Kontraste bei der Abbildung mit SE und BSE im Rasterelektronenmikroskop. Darüber hinaus können die Rückstreukoeffizienten auch von der Kristall- oder Magnetstruktur und den Oberflächenpotentialen eines Objektes beeinflusst werden [66]. Die Summe aus Rückstreukoeffizient und Sekundärelektronenausbeute wird als totale Elektronenausbeute  $\sigma = \eta + \delta$  bezeichnet und bestimmt das Aufladungsverhalten nichtleitender Proben im SEM.

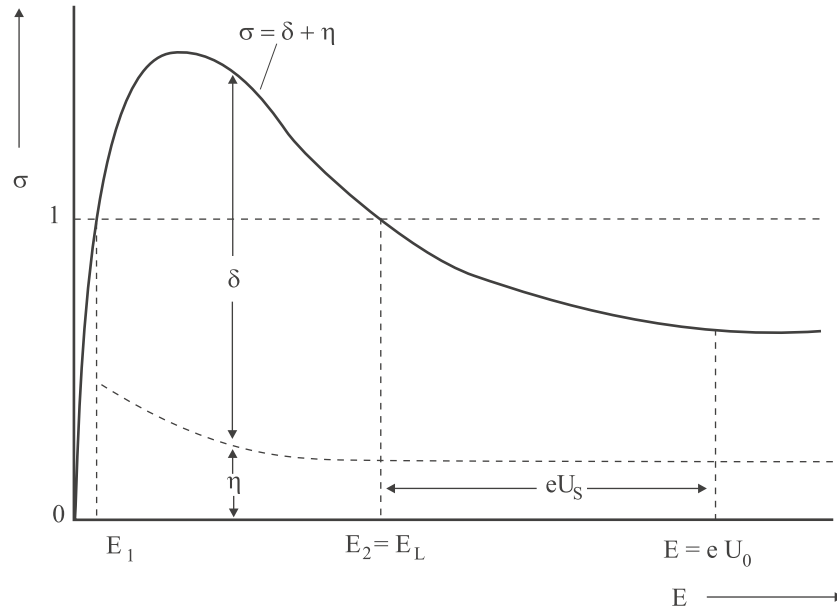


Abbildung 1.6: Totalen Elektronenausbeute  $\sigma$  als Funktion der Primärenergie.

### 1.3.3 Probenaufladung

Abbildung 1.6 zeigt die totale Elektronenausbeute  $\sigma$  als Funktion der eingestrahlten Energie. Für Energien  $0 < E < E_1$  ist  $\sigma < 1$ , d.h. es verlassen die Probe weniger Elektronen, als eingestrahlt werden. Daher lädt sich eine isolierte Oberfläche negativ auf. Für  $E_1 < E < E_2$  lädt sich ein Isolator positiv auf, da  $\sigma > 1$  ist. Aufgrund des positiven Potentials können jedoch die niederenergetischen Sekundärelektronen die Oberfläche nicht verlassen. Das hat eine Reduzierung des Potentials bis zur Gleichgewichtsbedingung  $\sigma = 1$  zur Folge, was einer neutralen Oberfläche im dynamischen Gleichgewicht entspricht. Liegt die Primärenergie  $E_0$  oberhalb von  $E_2$  ( $\sigma < 1$ ), wirkt die negative Aufladung als Gegenfeld und die PE haben die Landeenergie  $E_L$  mit der sie auf der Oberfläche auftreffen. Befindet sich die Probe im elektrostatischen Gleichgewicht, so ist  $E_L = E_2$  und die isolierte Probe wird mit einer maximalen Spannung von

$$-U_s = \frac{E_0 - E_2}{e} \quad (1.17)$$

aufgeladen. Die Probenaufladung verschiedener Isolatoren im Rasterelektronenmikroskop wird in Kapitel 6.5 mit Hilfe der Rückstreuerelektronenspektroskopie experimentell untersucht.

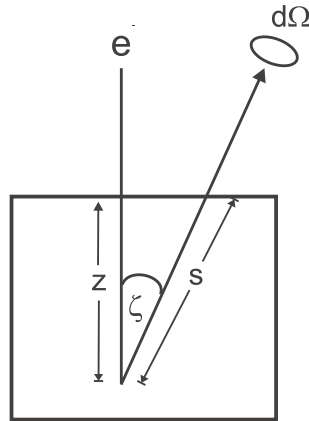


Abbildung 1.7: Schematische Darstellung der Rückstreuung im Festkörper.

### 1.3.4 Winkelverteilung

Nimmt man in erster Näherung an, daß die Primärelektronen im Objekt nur einmal gestreut werden, so gilt nach Abbildung 1.7 für den zurückgelegten Rückweg  $s \propto 1/\cos \zeta$ . Dabei ist  $\zeta$  der von der Oberflächennormalen und der Austrittsrichtung der Elektronen eingeschlossene Winkel. Wird weiterhin angenommen, daß die Höhe des Rückstreuoeffizienten pro Raumwinkelelement  $d\eta/d\Omega$  bei senkrechtem Elektroneneinfall umgekehrt proportional zu der im Festkörper zurückgelegten Strecke der Elektronen ist, dann ist  $1/s \propto \cos \zeta \propto d\eta/d\Omega$ . Wird ein Proportionalitätsfaktor  $k$  so gewählt, daß die Verteilung integriert über den äußeren Halbraum den Rückstreuoeffizienten  $\eta$  ergibt, so ist

$$\eta = \int \frac{d\eta}{d\Omega} d\Omega = \int k \cos \zeta d\Omega. \quad (1.18)$$

Aufgrund der azimutunabhängigen Emission der Rückstreuelektronen bei senkrechtem Elektroneneinfall ist  $d\Omega = 2\pi \sin \zeta d\zeta$  und somit

$$\eta = 2\pi k \int_0^{\pi/2} \cos \zeta \sin \zeta d\zeta. \quad (1.19)$$

Kurze Rechnung ergibt  $k = \eta/\pi$  und somit ist

$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \zeta. \quad (1.20)$$

Dieser rein phänomenologische Zusammenhang ist bekannt als das Lambert'sche Kosinus-Gesetz und wurde experimentell durch Messungen der Austrittswinkelverteilung bei Energien  $\geq 5$  keV für leichte Elemente und bei Energien  $\geq 10$  keV für

schwere Elemente bestätigt [15, 17]. Monte-Carlo Simulationen der Winkelverteilung bestätigen diese experimentellen Ergebnisse, jedoch gilt dieser einfache Zusammenhang bei der Simulation energieselektierter Elektronen nicht mehr (siehe Kapitel 2.4).

### 1.3.5 Austrittstiefen

Zur Bestimmung der maximalen Tiefen, aus denen die Rückstreuelektronen die Oberfläche wieder erreichen, werden Rückstreuexperimente an dünnen Schichten herangezogen. Unter der Annahme, daß das Elektron durch einen einzelnen Großwinkelstreuereignis zurückgestreut wird, ist der Rückstreukoeffizient eines dünnen Filmes der Dicke  $t$  und der Dichte  $\rho$  proportional zur Zahl der Atome pro Einheitsfläche  $Nt = N_A \rho t / A$  und dem partiellen Wirkungsquerschnitt  $\sigma_{el}$  der elastischen Streuung in Winkel von  $90^\circ$  bis  $180^\circ$ . Dabei ist  $N$  die Zahl der Atome pro Volumen,  $N_A$  die Avogadro-Zahl und  $A$  die relative Atommasse in g/mol. Somit ist

$$\eta = \frac{N_A \rho t}{A} \int_{\frac{\pi}{2}}^{\pi} \frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} 2\pi \sin \theta d\theta. \quad (1.21)$$

Mit dem Rutherford'schen Streuquerschnitt nach Gleichung (1.2) ist

$$\eta = \frac{N_A \rho t}{A} \frac{e^4 Z^2}{16(4\pi\epsilon_0)^2 E_0^2} 2\pi \int_{\frac{\pi}{2}}^{\pi} \frac{\sin \theta}{\sin^4 \theta / 2} d\theta. \quad (1.22)$$

Damit ergibt sich nach kurzer Rechnung

$$\eta(t) = \frac{\pi e^4 Z^2 N_A}{4(4\pi\epsilon_0)^2 A E_0^2} \rho t. \quad (1.23)$$

Bei konstanter Beschleunigungsspannung und homogenem Material ist der Rückstreukoeffizient  $\eta(t)$  proportional zur Massendicke  $x = \rho t$  einer Folie, bis  $\eta(t)$  den Sättigungswert  $\eta_\infty = \eta$  erreicht. Die Abbildungen 1.8 a) und b) zeigen die von Niedrig und Sieber [54] durchgeführte experimentelle Bestätigung für Al und Gold.

Äquivalent zu der Bestimmung der praktischen Reichweite  $R_E$  der Elektronen im Objekt (vgl. Kapitel 1.3.1) liefert bei freitragenden Schichten variabler Dicke der Schnittpunkt des extrapolierten linearen Teils von  $\eta(t)$  mit dem Sättigungswert  $\eta_\infty$  eine Tiefe, die als praktische Austrittstiefe  $T_E$  der Rückstreuelektronen bei konstanter Primärenergie zu interpretieren ist. Drescher *et al.* [17] gibt als praktische Austrittstiefe in nm für  $E$  in keV und  $\rho$  in g/cm<sup>2</sup>

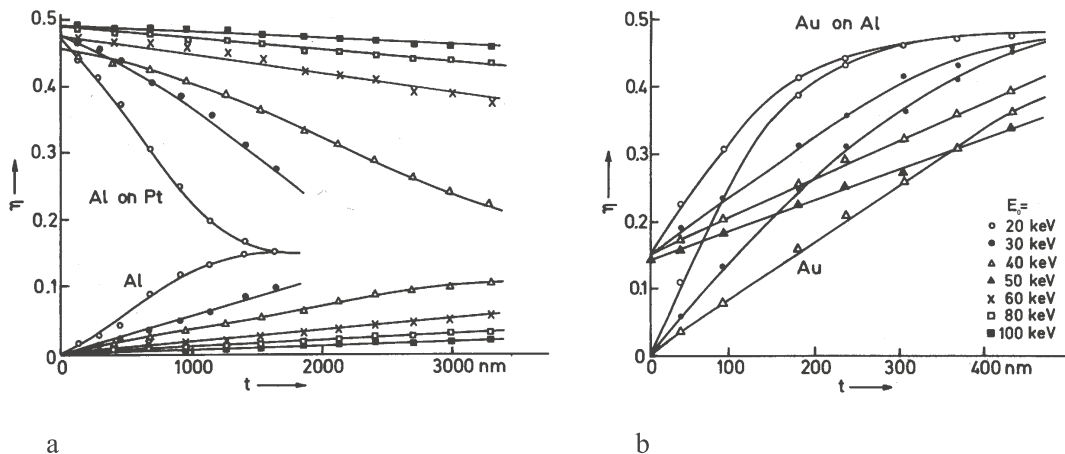


Abbildung 1.8: Abhängigkeit des Rückstreukoeffizienten von der Dicke einer freitragenden Schicht von a) Aluminium und b) Gold und der Dicke einer Deckschicht aus a) Aluminium auf Platin und b) Gold auf Aluminium aus [34].

$$T_E = 28 \cdot E^{1.54} / \rho \quad \text{für } E = 10 - 100 \text{ keV} \quad (1.24)$$

an. Der Vergleich zwischen der praktischen Reichweite  $R_E$  bei konstanter Beschleunigungsspannung nach Gleichung (1.13) und der korrespondierenden Austrittstiefe  $T_E$  zeigt, daß

$$T_E \approx 0.36 - 0.41 R_E \quad (1.25)$$

für Beschleunigungsspannungen zwischen 10 keV und 30 keV ist. Eine zu  $R_x$  korrespondierende Messung von  $T_x$  bei konstanter Massendicke  $x$  und variabler Energie  $E$  konnte in der Literatur nicht gefunden werden. Daher geht man allgemein davon aus, daß die Austrittstiefe  $T_x$  der halben Reichweite  $R_x$  nach Gleichung (1.14)

$$T_x \approx 0.5 \cdot R_x = 100/3 \cdot E^{1.67} / \rho \quad \text{für } E = 10 - 200 \text{ keV} \quad (1.26)$$

mit  $T_x$  in nm und  $\rho$  in  $\text{g}/\text{cm}^2$  entspricht.

Da  $\eta(t)$  die Summe aller Rückstreuelektronen der Tiefen von 0 bis  $t$

$$\eta(t) = \int_0^t \frac{d\eta(z)}{dz} dz \quad (1.27)$$

ist, liefert die Differentiation dieser experimentellen  $\eta(t)$ -Kurve offensichtlich das Tiefenspektrum der rückgestreuten Elektronen

$$\frac{d\eta(z)}{dz} = \frac{d\eta(t)}{dt}. \quad (1.28)$$

Dabei ist

$$\eta = \frac{1}{N_{PE}} \int_0^{T_{max}} N_{BSE}(z) dz. \quad (1.29)$$

Diese Austrittstiefenverteilung ist nach Kapitel 1.2 abhängig von den elastischen und unelastischen Wirkungsquerschnitten der Streuatome mit der Ordnungszahl  $Z$ . Nach Gleichung (1.6) ist das Verhältnis des unelastischen Wirkungsquerschnittes zum elastischen proportional zur Ordnungszahl  $Z$ . Somit ist in einen Festkörper mit hoher Ordnungszahl  $Z$  die Wahrscheinlichkeit hoch, daß die Elektronen mehr elastische Großwinkelstreuungen als unelastische Streuprozesse erfahren. Daher werden die Elektronen stärker zurück gestreut und dringen weniger tief in das Objekt ein. Somit liegt das Maximum der Tiefenverteilung, was auch als die wahrscheinlichste Eindringtiefe bezeichnet werden kann, nahe an der Oberfläche. Umgekehrt liegt die wahrscheinlichste Tiefe bei einem Objekt mit niedriger Ordnungszahl bei höheren Massendicken, da die vorwärtsgerichteten unelastischen Streuprozesse überwiegen. Dieser Zusammenhang wird in Kapitel 2.2 mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation bestätigt.

Eine dünne Oberflächenschicht  $F$  der Dicke  $t$  auf massivem Substrat  $S$  beeinflusst den Rückstreukoeffizienten  $\eta_{S_\infty}$  des Substrates, falls sie eine andere Ordnungszahl hat als der Film. Wie in den Abbildungen 1.8 a) und b) zu erkennen, haben die totalen Rückstreukoeffizienten  $\eta_{tot}$  der Schichtsysteme Aluminium auf Platin und Gold auf Aluminium eine annähernd konstante Steigung und variieren mit zunehmender Dicke des Filmes zwischen  $\eta_{S_\infty}$  des reinen Substrates und dem Rückstreukoeffizienten  $\eta_{F_\infty}$  des massiven Filmes. Somit können dünne Schichten auf einem Substrat ebenfalls zur Bestimmung der praktischen Austrittstiefe  $T_E$  herangezogen werden [81]. Hohn *et al.* [34] bestimmten den totalen Rückstreukoeffizienten eines Schichtsystems empirisch zu

$$\eta_{tot} = \eta_{S_\infty} + \eta_F(t_F) \left( 1 - \frac{\eta_{S_\infty}}{\eta_{F_\infty}} \right), \quad (1.30)$$

wobei  $\eta_F(t_F)$  der Rückstreukoeffizient des freitragenden Filmes der Dicke  $t_F$  ist.

Auf der Basis der Variation der Primärenergie und somit der Austrittstiefen der Rückstreuelektronen wird in Kapitel 1.4.2 eine tiefenselektive Abbildungsmöglichkeit vorgestellt. Darüber hinaus haben die Austrittstiefen einen wesentlichen Einfluß auf die Auflösung und den Kontrast der Abbildungen im SEM und sind daher in Kapitel 2 das Ziel weiterer Monte-Carlo Simulationen und experimenteller Untersuchungen in den Kapiteln 5 und 6.

### 1.3.6 Energieverteilung

Da entlang der Trajektorien der Primärelektronen in einem Festkörper, dessen Dicke höher als die maximale Austrittstiefe der BSE ist, eine Anzahl  $n \geq 0$  unelastischer Streuprozesse stattgefunden haben, haben die BSE nach dem Verlassen dieses Objektes eine Energieverteilung  $d\eta/dE$ . Dabei ist

$$\eta = \frac{1}{N_{PE}} \int_{50\text{eV}}^{E_0} N_{BSE}(E, E_0) dE. \quad (1.31)$$

Die Energieverteilung reicht von der Primärenergie  $E_0$  für rein elastisch gestreute Elektronen bis zur Energie der SE von 50 eV. Solch ein Energiespektrum läßt sich nach der gleichen Argumentation wie die Austrittstiefenverteilung in Kapitel 1.3.5 beschreiben. Nach Gleichung (1.6) ist die Wahrscheinlichkeit hoch, daß die Elektronen auf ihrem Weg durch einen Festkörper mit hohem  $Z$  mehr elastische als unelastische Streuprozesse erfahren. Daher liegt das Maximum der Energieverteilung, das auch als wahrscheinlichste Energie  $E_p$  bezeichnet wird, nahe der Primärenergie. Umgekehrt liegt die wahrscheinlichste Energie bei einem Objekt mit niedriger Ordnungszahl bei einem geringen Bruchteil  $E_p/E_0$ , da die unelastischen Streuprozesse überwiegen. Auch dieser Zusammenhang wird in Kapitel 2.2 in der Monte-Carlo Simulation gezeigt und in Kapitel 4.2 experimentell bestätigt.

Spektren der BSE von Mehrschichtstrukturen mit unterschiedlichen Ordnungszahlen haben entsprechend der unterschiedlichen Rückstreueigenschaften je nach Schichtfolge, Dicke der Schichten und Primärenergie  $E_0$  charakteristische Formen [16, 68]. Diese werden in Kapitel 2.6 mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation und in Kapitel 4 experimentell untersucht.

Sollen Rückstreuelektronenspektren theoretisch bestimmt werden, so sind die einzelnen Wechselwirkungsprozesse mit Hilfe der Quantenmechanik beschreibbar. Jedoch ist eine unmittelbare analytische Lösung der aufzustellenden Vielteilchen-Schrödingergleichungen aufgrund der großen Anzahl der Variablen nicht möglich. Es existieren verschiedene analytische Modelle zur Berechnung der Rückstreuelektronenspektren, zum Beispiel Everharts Einzelstreumodell [21], dessen Modifikation nach Sogard [83] oder das Transportmodell von Reimer [68], jedoch gibt keines dieser Modelle wegen der verwendeten analytischen Näherungen experimentell bestimmte Spektren mit ausreichender Genauigkeit wieder. Eine weitere Möglichkeit der theoretischen Bestimmung der Energieverteilung von BSE ist die Methode der Monte-Carlo Simulation, auf die in Kapitel 2 weiter eingegangen wird. Der Energievertei-

lung der Rückstreuelektronen geht der niederenergetische Peak der Sekundärelektronen bis zu einer Energie von 50 eV voraus, der in Kapitel 6.5 ebenfalls das Ziel weiterer Untersuchungen ist.

Neben der Energieverteilung  $d\eta/dE$  kann man den rückgestreuten Elektronen nach Gleichung (1.20) eine Winkelverteilung  $d\eta/d\Omega$  und nach Gleichung (1.28) ein Tiefenspektrum  $d\eta/dz$  zuordnen. Zur vollständigen Beschreibung der Rückstreuelektronen wird daher ein differentieller Rückstreukoeffizient

$$\frac{d^3\eta(\Omega, E, z)}{d\Omega dE dz} \quad \text{mit} \quad \eta = \frac{1}{N_{PE}} \int N_{BSE}(\Omega, E, z) d\Omega dE dz \quad (1.32)$$

eingeführt.

## 1.4 Tiefeninformationen

Aus der oben beschriebenen Theorie ergeben sich zwei Ansätze zur tiefenselektiven Analyse beziehungsweise Abbildung mit Hilfe der Rückstreuelektronen. Dies ist zum einen die Abbildung mittels energiegefilterter Rückstreuelektronen, basierend auf der Energie-Weglängen Beziehung der Rückstreuelektronen. Andererseits ist durch die Abbildung mit BSE bei Variation der Primärenergie eine tiefenselektive Abbildung möglich. Auf beide Möglichkeiten soll im Folgenden genauer eingegangen werden.

### 1.4.1 Spektroskopische Methoden

Der mittlere Energieverlust pro Weglänge  $S(E) = \left| \frac{dE_m}{dx} \right|$  des Elektrons im Festkörper kann nach Gleichung (1.10) bestimmt werden. Hat ein Rückstreuelektron nach dem Verlassen des Objektes eine bestimmte (Rest-)Energie  $E_1$ , so entspricht die Weglänge  $x$  die von diesem Elektron zurückgelegt wurde

$$x = \int_{E_1}^{E_0} \frac{dE}{|S(E)|}. \quad (1.33)$$

Nach Senkel [82] ist dieses Integral auf die Integraleponentialfunktion der Form

$$x = \frac{J^2}{kb^2} \int_{2 \ln(\frac{bE_1}{J})}^{2 \ln(\frac{bE_0}{J})} \frac{\exp(y)}{y} dy \quad (1.34)$$

oder

$$x = \frac{J^2}{kb^2} \left[ \text{Ei} \left( 2 \ln \frac{bE_0}{J} \right) - \text{Ei} \left( 2 \ln \frac{bE_1}{J} \right) \right] \quad (1.35)$$



mit

$$\text{Ei}(x) = \int_{-\infty}^x \frac{\exp(y)}{y} dy \quad (1.36)$$

rückführbar. Dabei ist  $k = 7.85 \cdot 10^{-2} Z/A$ .

Unter der Annahme, daß das Elektron aufgrund eines einzelnen Großwinkelstreu-  
prozesses in der Tiefe  $z$  in den Winkel  $\zeta$  die Oberfläche wieder verläßt, ist die zu-  
rückgelegte Weglänge  $x = z + z/\cos \zeta$  (siehe Abb. 1.7). Somit ist die Austrittstiefe  
abhängig von der Weglänge

$$z = x \left( \frac{\cos \zeta}{1 + \cos \zeta} \right), \quad (1.37)$$

die nach Gleichung (1.34) vom Energieverlust der Elektronen abhängig ist. Da die  
Wegverlängerung in Festkörpern mit niedriger Ordnungszahl gering ist, sollte sich  
aus der Kenntnis der Energie  $E_1$  die Dicke  $t$  einer Deckschicht eines solchen Materi-  
als ermitteln lassen. Diese Tiefenanalyse wird in Kapitel 2.6.1 mit Hilfe der Monte-  
Carlo Simulation und in Kapitel 4 experimentell überprüft.

Elektronen mit Umkehrpunkt in der Tiefe  $z$  tragen keine Informationen über dar-  
unterliegende Schichten, da die Elektronen diese entlang ihrer Trajektorien nicht  
erreicht haben und unabhängig von den Elektronen sind, die aus diesen tieferen  
Schichten stammen. Werden also ausschließlich Rückstreuelektronen einer Energie  
 $E_1$  zur Abbildung herangezogen, was zukünftig als energiegefilterte Abbildung be-  
zeichnet wird, werden selektiv Tiefenbereiche des Objektes abgebildet. Somit ist die  
Energieselektion von Rückstreuelektronen eine Möglichkeit der tiefenselektiven Ab-  
bildung im Rasterelektronenmikroskop. Diese ist daher Gegenstand der Monte-Carlo  
Simulationen in Kapitel 2 und experimenteller Untersuchungen in den Kapiteln 5  
und 6.

Bei der Betrachtung dünner Deckschichten ist die im Festkörper zurückgelegte Strecke  
erst kurz und der Energieverlust entsprechend gering. Aufgrund dieser Vorausset-  
zung kann nach der Idee von Thomson und Whiddington [93] der logarithmische  
Term in Gleichung (1.8) als konstant angenommen werden. Damit ergibt sich

$$S(E) = -\frac{dE_m}{dx} = \frac{2\pi e^4 N_A Z}{(4\pi\epsilon_0)^2 A} \frac{1}{E} l = \frac{c'}{E}, \quad (1.38)$$

dabei ist  $l$  der konstante Mittelwert des logarithmischen Terms. Aus Gleichung (1.33)  
und (1.38) folgt somit

$$E_0^2 - E_1^2 = cx \quad (1.39)$$

oder

$$E_0^2 - E_1^2 = c\varrho s. \quad (1.40)$$

Die Bestimmung der Konstanten  $c$  wurde von verschiedenen Autoren durchgeführt. So bestimmte zum Beispiel Terrill [85] aus der wahrscheinlichsten Energie von transmittierten Elektronen  $c = 4.0 \cdot 10^5 \text{ keV}^2 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ .

Normiert man den Weg der Elektronen im Objekt auf die Reichweite, so kann der Weg zu

$$y = s/R \quad (1.41)$$

normiert werden. Eine Normierung der Energie ergibt

$$\varepsilon = E_1/E_0. \quad (1.42)$$

Dadurch kann Gleichung (1.40) umgeschrieben werden zu [22, 83]

$$\varepsilon^2 = 1 - y \quad (1.43)$$

mit  $R = E_0^2/\varrho c$  bzw.

$$R_{TW} = 25 \cdot E_0^2/\varrho \quad (1.44)$$

mit  $R_{TW}$  in nm,  $E_0$  in keV und  $\varrho$  in  $\text{g}/\text{cm}^2$ . Da die Konstante  $c$  aus Gleichung (1.44) aus der wahrscheinlichsten Energie der transmittierten Elektronen bestimmt wurde, entspricht  $R_{TW}$  einer Elektronenreichweite  $R_p$  (siehe Kap. 1.3).

Im Gegensatz zu Gleichung (1.43) kann der Zusammenhang der normierten Energie  $\varepsilon$  und des normierten Weges  $y$  nach einem semi-empirischen Modell von Kanaya und Okayama [42] ausgedrückt werden durch

$$\varepsilon^{\frac{5}{3}} = 1 - y. \quad (1.45)$$

Dabei ist die Reichweite der Elektronen zu

$$R_{KO} = 27.6 \cdot AE_0^{\frac{5}{3}}/\varrho Z^{\frac{8}{9}} \quad (1.46)$$

bestimmt worden. Wiederum ist  $R_{KO}$  in nm,  $E_0$  in keV und  $\varrho$  in  $\text{g}/\text{cm}^2$  anzugeben. Mit Hilfe der Gleichungen (1.43) bzw. (1.45) und (1.37) kann nun die einfache Energie-Tiefen Relationen angegeben werden

$$z = \left[ 1 - \left( \frac{E_1}{E_0} \right)^n \right] \left( \frac{\cos \zeta}{1 + \cos \zeta} \right) R_{TW} \text{ bzw. } KO. \quad (1.47)$$

Dabei ist  $n$  je nach Modell gleich 2 oder  $5/3$ . Es sei jedoch nochmals darauf hingewiesen, daß diese Ansätze einfache Approximationen für den Spezialfall eines geringen Energieverlustes bzw. einer kurzen im Festkörper zurückgelegten Strecke darstellen. Die Proportionalität der Reichweite zu dem Quadrat von  $E$  wird experimentell nicht bestätigt (siehe Kap. 1.3). Für eine vollständige Beschreibung des Zusammenhangs zwischen der Energie und der Strecke in Monte-Carlo Simulationen oder theoretischen Berechnungen der Energieverteilung von Rückstreuelektronen reichen diese Ansätze im allgemeinen nicht aus [66, 83]. Stattdessen muß die CSDA herangezogen werden.

### 1.4.2 Variation der Primärenergie

Als eine weitere Möglichkeit der tiefenselektiven Abbildung bzw. dreidimensionalen Rekonstruktion von geeigneten Festkörpern gilt die Variation der Primärenergie  $E_0$ . Nach Gleichung (1.26) haben Rückstreuelektronen bei variierender Beschleunigungsspannung eine praktische Austrittstiefe  $T_x$  im Objekt. Diese steigt, abhängig von  $E_0$  und der Dichte  $\rho$  des massiven Objektes, mit zunehmender Primärenergie an. Der Rückstreukoeffizient  $\eta$  bleibt nach Kapitel 1.3.2 für ein massives Material und einer Beschleunigungsspannung  $E_0 \geq 5$  keV jedoch bei zunehmender Beschleunigungsspannung und der damit verbundenen Änderung der Informationstiefe konstant. Kommt es in der Tiefe des Objektes, zum Beispiel bei Deckschichten auf Substrat oder bei Mehrschichtsystemen, zu einer Änderung der Ordnungszahl, und ist die Beschleunigungsspannung hoch genug, so daß die Austrittstiefe der BSE größer als die Tiefe der Materialänderung ist, so ändert sich entsprechend Gleichung (1.30) der Rückstreukoeffizient. Aus der Kenntnis der Energie, bei der sich  $\eta$  ändert, kann nun mit Hilfe der Gleichung (1.26) die Dicke der Deckschicht bestimmt werden.

Wird zur dreidimensionalen Rekonstruktion eines Objektes das Signal eines abbildenden Rückstreuelektronendetektors verwendet, das zum Rückstreukoeffizienten  $\eta$  des zu untersuchenden Objektes proportional ist, steigt das Signal mit zunehmender Beschleunigungsspannung und konstanten Rückstreukoeffizienten linear an (vgl. Kapitel 3.1.1). Jede Änderung dieser Linearität in einer BSE-Abbildungsserie zeigt bei zunehmender Beschleunigungsspannung eine Änderung in der Schichtfolge des Objektes an. Dieses wird in Kapitel 2.8 mit Hilfe der Monte-Carlo Methode genauer untersucht. Mellen [48] schlägt eine Eichung des Detektors bei jeder einzel-

nen Beschleunigungsspannung auf das Signal von zwei massiven Referenzobjekten vor, wodurch die Änderung des Signals des zu untersuchenden Objektes durch Differenzbildung deutlich wird. Durch rechnergestützte Bildverarbeitungsalgorithmen wird dadurch eine rekonstruierende Tomographie des Objektes, auch bei mehreren Schichten, möglich.

Jedoch unterliegt diese Methode einigen Beschränkungen. So funktioniert sie nur bei Beschleunigungsspannungen oberhalb von ca. 5 kV. Das schließt die genaue Vermessung von sehr dünnen Deckschichten aus, da das Signal des BSE-Detektors mit steigender Beschleunigungsspannung wieder linear ist, sobald die Austrittstiefe  $T$  größer ist als die Dicke der Schicht  $t$  (siehe Kapitel 2.8). Darüber hinaus haben die relevanten Elektronen nach Gleichung (1.39) nur eine geringe Energie, da sie aus der Tiefe des Objektes zum Detektor gelangen. Daher erzeugen sie aufgrund der Energieabhängigkeit des Detektors (siehe Kapitel 3.1.1) nur eine sehr geringe Signaländerung. Damit einzelne Schichten getrennt dargestellt werden können, ist daher ein großer Ordnungszahl- bzw. Rückstreukoeffizientenunterschied zwischen den einzelnen Schichten nötig. Der Einsatz eines Lock-In-Verstärkers bei kontinuierlicher Änderung der Beschleunigungsspannung mittels einer Immersionslinse (vgl. Kapitel 3.1.1) sollte hier zu deutlichen Verbesserungen führen.

Von Seiler [81] und Wells *et al.* [90] wurde die Aufnahme von Sekundärelektronenabbildungen bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen beschrieben. Dabei wird ebenfalls bei wachsender Beschleunigungsspannung das Signal aus der Tiefe sichtbar, da die SE2 von den aus der Tiefe stammenden Rückstreuelektronen erzeugt werden.

## Kapitel 2

# Monte-Carlo Simulation

Von vielen physikalischen Problemen existieren analytische Modelle. So können zum Beispiel mit Hilfe der Boltzmann-Transportgleichung Probleme der Elektronendiffusion untersucht werden, falls die elementaren Streuquerschnitte der möglichen Prozesse bekannt sind [4, 75, 92]. Die Boltzmann-Gleichung ist jedoch eine komplizierte nichtlineare Integro-Differentialgleichung, deren analytische Lösung aufgrund ihrer Komplexität nicht oder nur unter einschränkenden Näherungen möglich ist. Da es sich bei der Elektronenstreuung um einen physikalischen Prozeß handelt, der mit Hilfe von Wahrscheinlichkeitsverteilungen beschreibbar ist, können die Problemstellungen ebenfalls mittels der Methode der Monte-Carlo Simulation behandelt werden. Dabei werden auf der Basis der physikalischen Wechselwirkungsprozesse einzelne Trajektorien simuliert. Die Simulation eines einzelnen Ereignisses besitzt keine Aussagekraft, die Simulation vieler Teilchen reproduziert jedoch im Mittel die Lösung des physikalischen Modells. Somit ist der Unterschied der beiden Methoden bei der Verwendung der gleichen physikalischen Modelle eher ein mathematischer als ein physikalischer. In diesem Kapitel soll kurz auf der Basis der in Kapitel 1 erörterten Theorie auf den Aufbau und die Funktionsweise des verwendeten Monte-Carlo Simulationsprogramms MOCASIM von Reimer [65] eingegangen werden. Anschließend werden die Ergebnisse der Simulationen für die verschiedenen Fragestellungen dieser Arbeit vorgestellt. Ausführliche Beschreibungen zur Implementierung der Monte-Carlo-Methode in Computerprogrammen für Fragestellungen in der Elektronenmikroskopie sind bei Reimer [66], Joy [37] und Senkel [82] zu finden.

## 2.1 Theorie

Die Elektronentrajektorien innerhalb des Festkörpers werden schrittweise berechnet. Dazu wird der Winkel um den das Elektron auf seiner Bahn abgelenkt wird, und der Energieverlust den das Elektron erfährt, benötigt. Nach jedem Ereignis bei den Ortskoordinaten  $(x_n, y_n, z_n)$  wird dann aus der Winkelablenkung, der kinetischen Energie  $E$  und der Weglänge  $x$  zwischen zwei Streuprozessen der Ort  $(x_{n+1}, y_{n+1}, z_{n+1})$  des nächsten Streuprozesses berechnet. Da die Bestimmung der Streuwinkel, die durch den Polarwinkel  $\theta$  und den Azimutalwinkel  $\chi$  ausgedrückt werden, im Elektronensystem stattfindet, muß nach jedem Stoß eine Umrechnung ins Laborsystem durchgeführt werden.

Die Streuung in Winkel  $\theta \geq 10^\circ$  wird individuell aus den tabelliert vorliegenden Mott-Streuquerschnitten berechnet (vgl. Kapitel 1.1), wobei variable Parameter unter Verwendung von Zufallszahlen bestimmt werden. Da die Charakteristika der Mott-Streuung in kleine Winkel vernachlässigbar sind, wird zur Verringerung der Rechenzeit die elastische Kleinwinkelstreuung in Winkel  $< 10^\circ$  durch den Vielfachstreuansatz von Lewis [45] berücksichtigt.

Der Energieverlust des Elektrons wird mit Hilfe der *Continuous Slowing Down Approximation* nach Bethe durch Gleichung (1.10) unter Vernachlässigung individueller inelastischer Streuprozesse bestimmt. Durch die Näherung von Rao-Sahib und Wittry nach Gleichung (1.11) wird der Energieverlust auf den Niederenergie-Bereich erweitert (vgl. Kapitel 1.2).

## 2.2 Massive Proben

Zur Bestimmung der Energieverteilung der rückgestreuten Elektronen  $d\eta/dE$  und der Verteilung der Austrittstiefen der BSE  $d\eta/dz$  wurde das Monte-Carlo Simulationsprogramm MOCASIM [65] verwendet. Die Ordnungszahl  $Z$  des Objektes und die Primärenergie sind dabei frei wählbar. Um ein günstiges Signal-zu-Rausch Verhältnis zu erhalten, wurden in jeder Simulation 10 Millionen Trajektorien berechnet. Zur quantitativen Auswertung wurden die Verteilungen nach Gleichung (1.32) auf den Rückstreukoeffizienten  $\eta$  normiert, der ebenfalls aus der Simulation gewonnen wurde. In Abbildung 2.1 a) sind die Verteilungen der maximalen Austrittstiefen der Reinelemente Gold, Silber, Kupfer und Aluminium dargestellt. Die praktische Austrittstiefe  $T_E$  nach Gleichung (1.24), die in der Einheit Massendicke vom Material

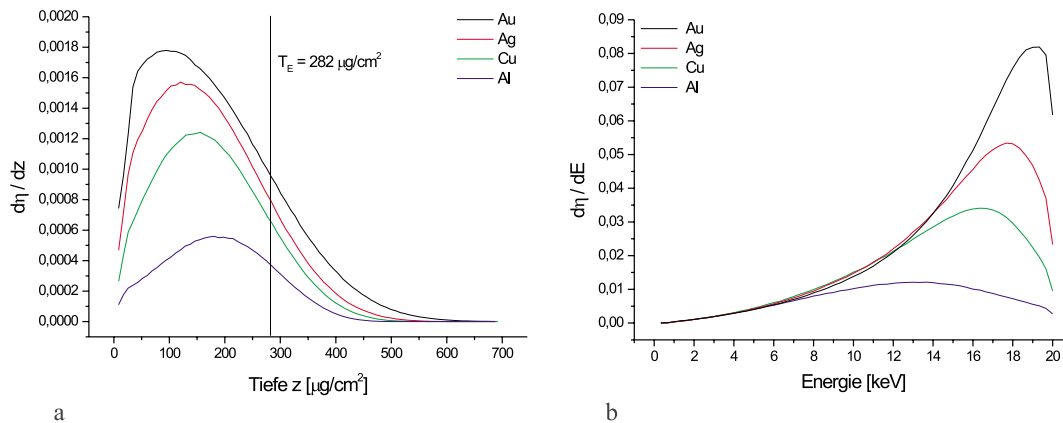


Abbildung 2.1: Simulation der a) Austrittstiefen- und b) Energieverteilung für Al, Cu, Ag und Au.

unabhängig ist, ist ebenfalls eingezeichnet. Für alle Elemente ist  $T_E$  erwartungsgemäß kleiner als maximalen Austrittstiefe (siehe Kapitel 1.3.5). Man erkennt deutlich die unterschiedlichen Höhen der Tiefenspektren, da sie nach Gleichung (1.32) auf die Rückstreuoeffizienten  $\eta$  normiert sind. Wie in Kapitel 1.3.5 gezeigt, ist aufgrund der stärkeren Vorwärtsstreuung bei Elementen mit niedriger Ordnungszahl das Maximum der Tiefenverteilung bei Aluminium zu hohen Massendicken verschoben. Bei Gold ist die wahrscheinlichste Tiefe aufgrund der stärkeren Großwinkelstreuung geringer.

Abbildung 2.1 b) zeigt die simulierten Energiespektren. Man erkennt wiederum die aufgrund der Rückstreuoeffizienten unterschiedlichen Höhen der Spektren. Die wahrscheinlichste Energie  $E_p$  ist bei Gold nahe der Primärenergie und nimmt mit abnehmender Ordnungszahl ab (siehe Kapitel 1.3.6), was in Kapitel 4.2 auch experimentell bestätigt werden kann.

Für einen genauen Vergleich der simulierten Spektren mit den experimentellen Spektren muß in der Simulation, wie in Kapitel 2.4 beschrieben wird, eine dem Experiment entsprechende Winkelselektion der BSE mit  $15^\circ \leq \zeta \leq 25^\circ$  vorgenommen werden.

Einen Vergleich von winkelselektierten Spektren gleicher Reinelemente die bei unterschiedlicher Primärenergie simuliert wurden, zeigen die Abbildungen 2.2 a)–d). Oberhalb einer Primärenergie von 10 keV erkennt man, äquivalent zur Konstanz des Rückstreuoeffizienten  $\eta$  (siehe Kapitel 1.3.2), daß der Spektrenverlauf der auf

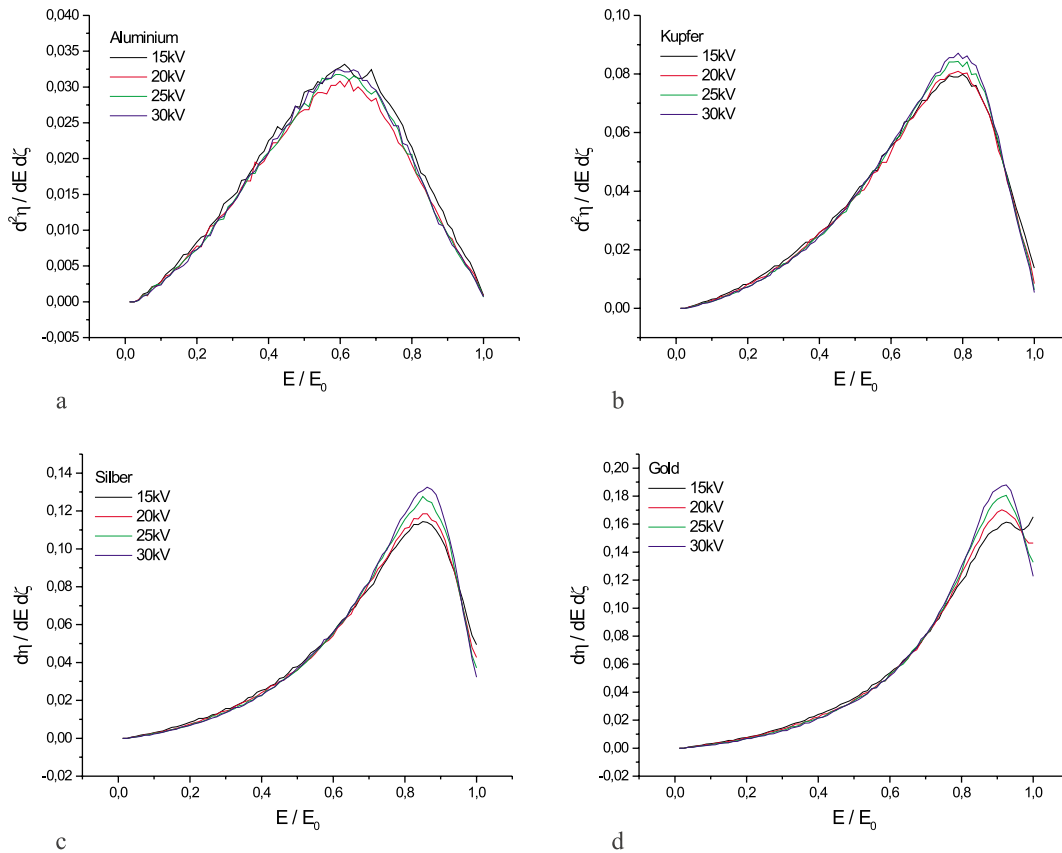


Abbildung 2.2: Vergleich der simulierten Spektren bei Beschleunigungsspannung von 15, 20, 25 und 30 keV.



$E/E_0$  normierten Spektren nahezu identisch ist. Dies wird in Kapitel 4.2 auch experimentell durch die Messung der Spektren bestätigt.

## 2.3 Energie- und Austrittstiefenverteilung der BSE

In den Kapiteln 1.4.1 und 1.4.2 wurden zwei prinzipiell verschiedene Möglichkeiten einer tiefensensitiven Abbildung und Analyse mit Rückstreuelektronen im Rasterelektronenmikroskop erläutert. Zur theoretischen Untersuchung dieser Möglichkeiten wurde das Programm DISTR des Monte-Carlo Simulations Programmpakets MOCASIM [65] so modifiziert, daß die Energie- und Austrittstiefenverteilungen  $d^2\eta/dEdz$  der rückgestreuten Elektronen von verschiedenen Objekten unterschiedlicher Ordnungszahl  $Z$  bestimmt werden konnten. Dazu wurde die Zahl der Rückstreuelektronen mit der Energie  $E_i$  zusammen mit der Zahl der Elektronen, die maximal in die Tiefe  $z_j$  des Objektes eingedrungen sind, gespeichert. Die Anzahlen der BSE werden in einer Matrix mit 60 Energie- und 80 Tiefenkanälen gespeichert. Um eine günstiges Signal-zu-Rausch Verhältnis für die  $60 \times 80$  Matrix zu erhalten, wurden für jede Simulation mindestens 10 Millionen Trajektorien berechnet. Diese Verteilungsmatrix wird ebenfalls nach Gleichung (1.32) auf den Rückstreukoeffizienten  $\eta$  normiert. So ergibt eine Integration über alle Tiefen  $z$  das Energiespektrum

$$\int_0^T N(E, z, E_0) dz = N(E, E_0) = \frac{d\eta}{dE} \quad (2.1)$$

und eine Integration über alle Energien  $E$  das Spektrum der maximalen Austrittstiefen

$$\int_0^{E_0} N(E, z, E_0) dE = N(z, E_0) = \frac{d\eta}{dz}. \quad (2.2)$$

Abbildung 2.3 a)–d) zeigt eine Darstellung der Ergebnisse einer Simulation der Energie- und Austrittstiefenverteilung  $d^2\eta/dEdz$  für Reinelemente bei senkrechtem Einfall eines 20 keV Elektronenstrahls. Aufgetragen ist die maximale Austrittstiefe in  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  und die Energie der BSE in keV. Die Höhe des Signals ist zur besseren Vergleichbarkeit auf das Maximum normiert und in Graustufen dargestellt. Man erkennt, daß Elektronen mit einem geringen Energieverlust nur wenig in das Objekt eingedrungen sind. Elektronen mit hohem Energieverlust kommen dagegen bevorzugt aus größeren Tiefen  $z$  des Objektes zurück. In Abbildung 2.4 ist beispielhaft die Tiefenverteilung der BSE von Aluminium bei 20 kV Beschleunigungsspannung für

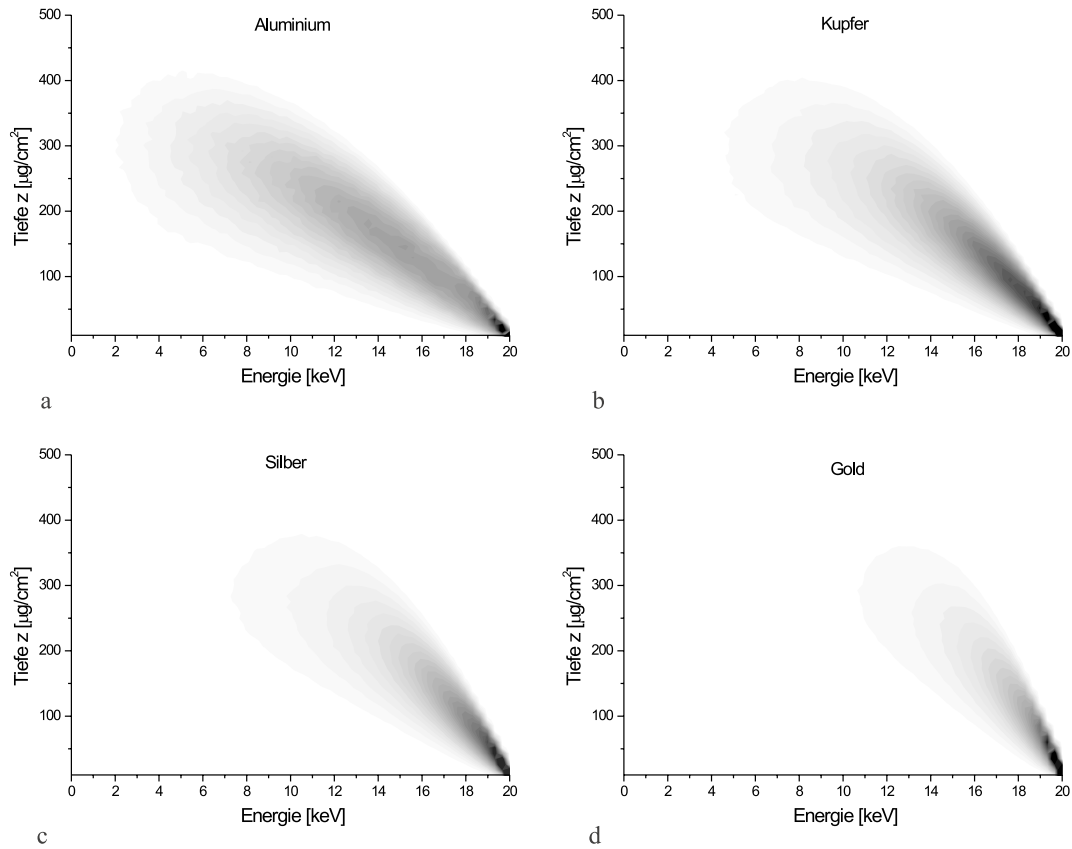


Abbildung 2.3: Simulation der Energie- und Austrittstiefenverteilung für Al, Cu, Ag und Au.

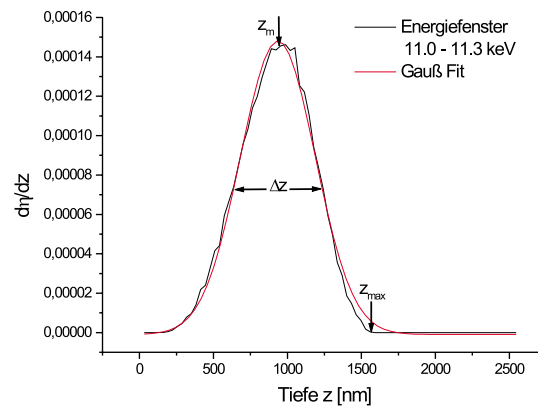


Abbildung 2.4: Simulierte Austrittstiefenverteilung der Rückstreuelektronen mit einer BSE-Energie zwischen 11.0 und 11.3 keV für Aluminium bei 20 keV Primärenergie.

ein Energiefenster zwischen 11.0 keV und 11.3 keV aufgetragen. Es ist zu erkennen, daß die Austrittstiefenverteilung normalverteilt ist. Rückstreuelektronen, die einen Energieverlust  $\Delta E$  erlitten haben, werden also hauptsächlich aus einem Tiefenbereich der Probe  $[z_m + \frac{\Delta z}{2}, z_m - \frac{\Delta z}{2}]$  emittiert, wobei  $z_m$  die mittlere Austrittstiefe und  $\Delta z$  die Breite des Tiefenbereichs ist. Die maximale Austrittstiefe bei einem Energieverlust  $\Delta E$  sei  $z_{max}$ . Der Austrittstiefenunterschied aufgrund der Breite des Energiefensters von 0.3 keV beträgt nach Gleichung (1.47) nur 31 nm. Die Halbwertsbreite der Verteilung beträgt jedoch 600 nm. Bei einem festen Energieverlust, und damit konstanter Weglänge  $x$  innerhalb des Festkörpers, gibt es verschiedene Austrittstiefen  $z$  aufgrund der unterschiedlichen Anzahlen von elastischen Streuprozessen pro Trajektorie.

Mit Hilfe der simulierten Energie- und Tiefenverteilungen wurden aus den Maxima der Tiefenverteilungen die mittleren Austrittstiefen  $z_m$  der BSE in Abhängigkeit von der Energie bestimmt und in Abbildung 2.5 a) aufgetragen. Man erkennt, daß mit zunehmendem Energieverlust die BSE im Mittel aus zunehmender Tiefe wieder an die Oberfläche des Objektes gelangen. Dies entspricht dem in Kapitel 1.4.1 gezeigten Zusammenhang zwischen dem Energieverlust des Elektrons und der Austrittstiefe und bildet die Grundlage der Idee der tiefenselektiven Abbildung.

Darüber hinaus wurden die Halbwertsbreiten  $\Delta z$  der Tiefenverteilungen aus der vollen Breite bei der Hälfte des Maximums bestimmt. Die Abbildung 2.5 b) zeigt

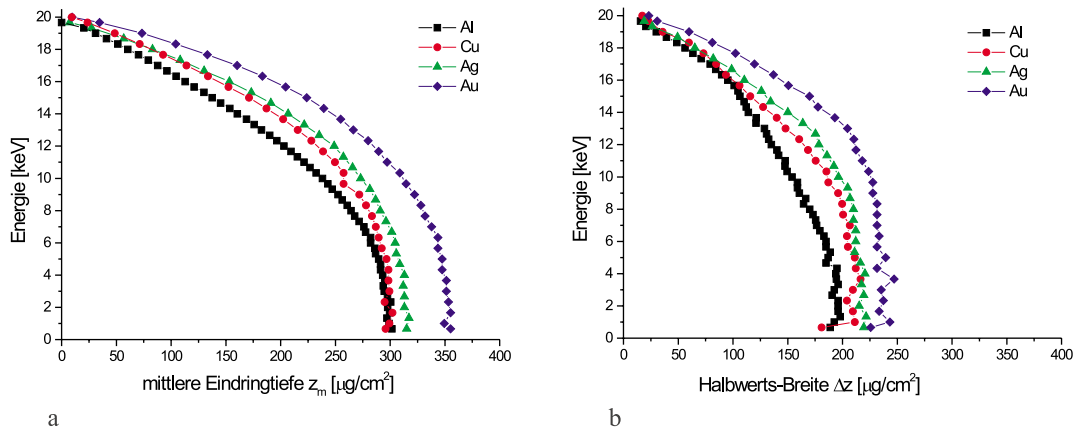


Abbildung 2.5: a) Zusammenhang zwischen der mittleren Austrittstiefe und der Energie der BSE und b) Zusammenhang zwischen der Halbwertsbreite der Tiefenverteilung und der Energie der BSE für Al, Cu, Ag und Au.

die Halbwertsbreiten der normalverteilten Tiefenverteilungen der einzelnen Energiekanäle. Man erkennt die zunehmende Verbreiterung des Austrittstiefenbereichs mit abnehmender Energie der BSE, was die Limitierung der Tiefenselektion mittels Energiefilterung deutlich macht: je größer die Tiefe der untersuchten Schicht ist, desto größer wird auch die „Tiefenunschärfe“ der Abbildung. Diese Untersuchung wird in Kapitel 2.7 auf die dreidimensionale Verteilung der Austrittstiefen ausgeweitet und in Kapitel 5 experimentell untersucht.

Mit Hilfe der simulierten Energie- und Tiefenverteilungen konnten auch die maximalen Austrittstiefen  $z_{max}$  der Rückstreuelektronen bestimmt werden. Diese maximalen Austrittstiefen sind nach Gleichung (1.37) proportional zu den Weglängen  $x$  der Elektronen im Festkörper. Wie in Kapitel 2.4 gezeigt wird, haben Elektronen mit kleinen Austrittswinkeln  $\zeta$  die größten Austrittstiefen  $z$ . Mit einem Winkel  $\zeta = 0^\circ$  ist somit  $z_{max} = \frac{x}{2}$ . Daher wird in Abbildung 2.6 der quantitative Vergleich der maximalen Austrittstiefen mit der Weglänge  $\frac{x}{2}$  der Energie-Weglängen Relation nach Bethe aufgezeigt. Man erkennt eine gute Übereinstimmung des Verlaufes von  $z_{max}$  mit der Reichweite nach Bethe bei geringen Energieverlusten, da das Bethe-Modell in der Simulation implementiert ist. Aufgrund der erhöhten Mehrfachstreuung kommt es bei höheren Energieverlusten zu Abweichungen zwischen den maximalen Austrittstiefen und den Bethewegen hin zu geringeren Tiefen.

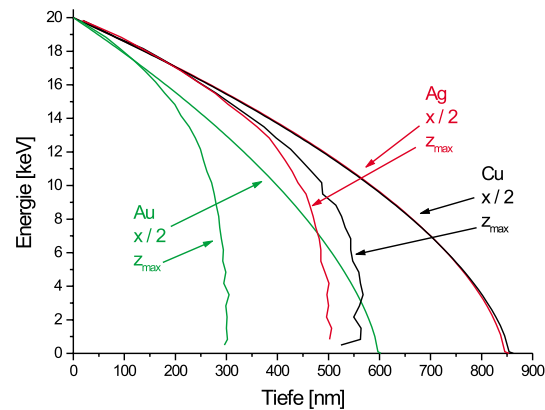


Abbildung 2.6: Vergleich der maximalen Austrittstiefen mit der Weglänge  $\frac{x}{2}$  der Energie-Weglängen Relation nach Bethe von Kupfer, Silber und Gold.

## 2.4 Austrittstiefen- und Winkelverteilung der BSE

Durch die Variation des Detektorabnahmewinkels  $\psi$  bei der Detektion von Rückstreuelektronen im SEM können, wie Reimer und Riepenhausen [70] zeigten, unterschiedliche Kontraste erzielt werden. Wells [88] zeigte experimentell, daß ein kleiner Abnahmewinkel, der relativ zur Oberfläche bestimmt wird, zur Abbildung oberflächennaher Informationen verwendet werden kann, während Abbildungen unter großen Abnahmewinkeln Informationen aus allen Tiefen tragen. Dies kann nun mit Hilfe der Energie- und Austrittstiefenverteilungen in der Simulation gezeigt werden. Dazu wurde zusätzlich eine Selektion der BSE nach dem Austrittswinkel  $\zeta$  vorgenommen. Dazu wurde der Halbraum über der Probe in  $10^\circ$ -Intervalle unterteilt und für jedes dieser Intervalle die Verteilung  $d^2\eta/dEdz$  registriert. Die Abbildungen 2.7 a)–i) zeigen die relativen Intensitäten der maximalen Austrittstiefen in Abhängigkeit von der Energie der BSE für Kupfer bei 20 kV Beschleunigungsspannung und senkrechten Elektroneneinfall. Man erkennt, daß diejenigen Elektronen die größten Austrittstiefen  $z$  erreichen, die das Objekt unter einem kleinen Austrittswinkel  $\zeta$  verlassen. Die Austrittstiefen werden mit zunehmendem Winkel  $\zeta$ , also bei kleinen Abnahmewinkeln  $\psi$  geringer, was dem experimentellen Ergebnis entspricht. Dieses ist auch explizit in Abbildung 2.8 a) zu erkennen. Dort ist die integrierte und auf den Raumwinkel normierte Tiefenverteilung in Abhängigkeit vom Austrittswin-

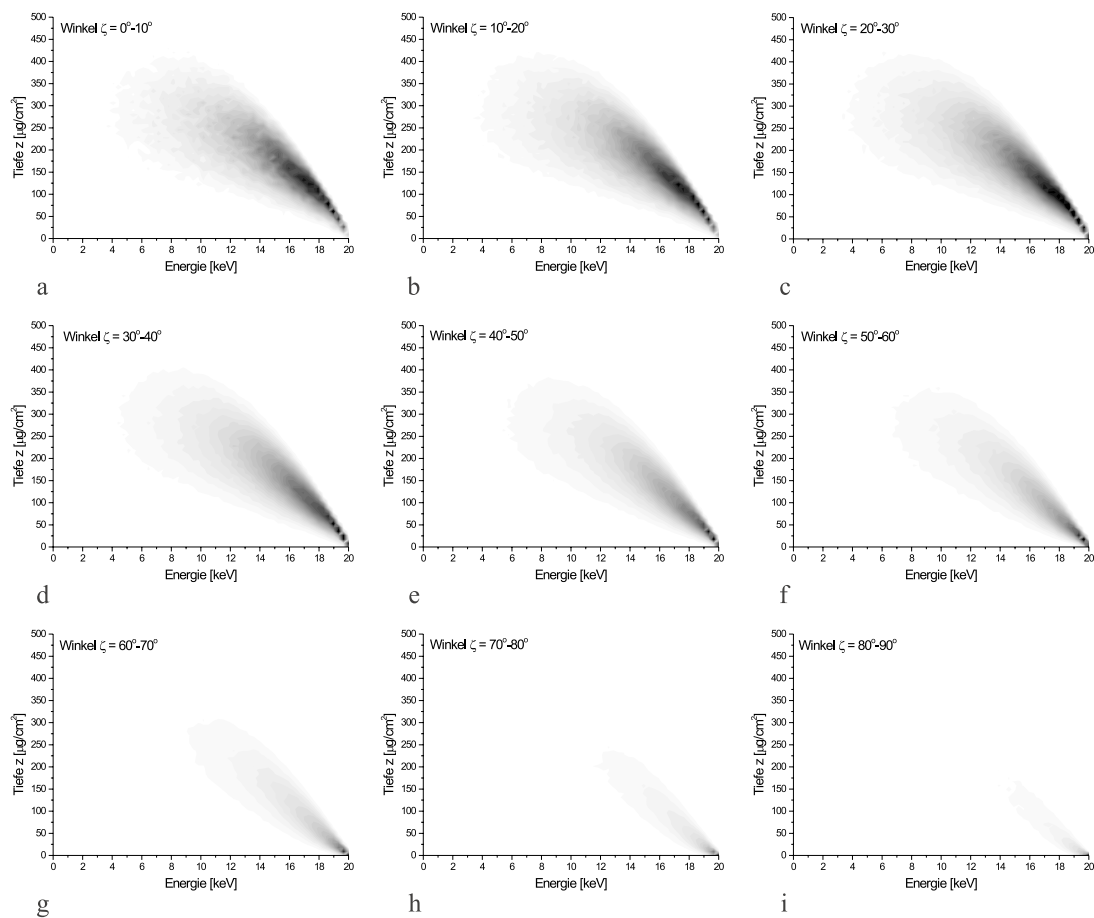


Abbildung 2.7: Energie- und Austrittstiefenverteilungen der Rückstreuerelektronen für Winkelbereiche von a)  $0^\circ - 10^\circ$  bis i)  $80^\circ - 90^\circ$  für Kupfer bei 20 keV Primärenergie.

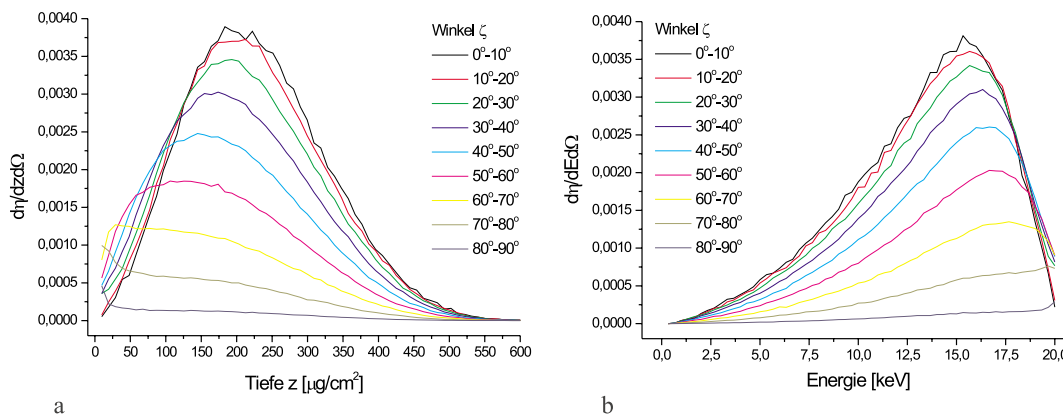


Abbildung 2.8: a) Austrittstiefenverteilungen  $d^2\eta(\zeta)/d\Omega dz$  und b) Energieverteilung  $d^2\eta(\zeta)/d\Omega dE$  für Winkelbereiche von  $0^\circ - 10^\circ$  bis  $80^\circ - 90^\circ$  für Kupfer bei 20 keV Primärenergie.

kel  $d^2\eta(\zeta)/d\Omega dz$  aufgetragen. Die Elektronen müssen also unter geringen Austrittswinkeln detektiert werden, wenn Informationen aus den maximal erreichbaren Tiefen gewonnen werden sollen.

Um die Winkelverteilung auch bezüglich der Energieabhängigkeit zu untersuchen, wurde in Abbildung 2.8 b) die über alle Tiefen integrierte und auf den Raumwinkel normierte Energieverteilung in Abhängigkeit vom Austrittswinkel  $d^2\eta(\zeta)/d\Omega dE$  aufgetragen. Man erkennt eine Zunahme der wahrscheinlichsten Energie bei größeren Austrittswinkeln, was auf den kürzeren im Objekt zurückgelegten Weg des Elektrons zurückzuführen ist. Dieser ist in Abbildung 2.8 a) deutlich zu erkennen.

Alle im Rahmen dieser Arbeit aufgenommenen experimentellen Spektren werden aufgrund der Bauweise des verwendeten Spektrometers nur von Elektronen mit einem begrenzten Austrittswinkel  $\zeta$  zwischen ca.  $15^\circ$  und  $25^\circ$  erstellt (siehe Kapitel 3). Daher wurde in einer weiteren Simulation überprüft, inwieweit sich simulierte Spektrenverläufe von winkelselektierten und nicht winkelselektierten Elektronen unterscheiden. Abbildung 2.9 zeigt Spektren aller rückgestreuten Elektronen im Vergleich mit Spektren von Elektronen aus dem entsprechenden Austrittswinkelbereich. Man erkennt, daß die wahrscheinlichste Energie bei Spektren der winkelselektierten Elektronen zu niedrigeren Energien verschoben ist. Daher ist es für einen genauen Vergleich von experimentellen und simulierten Spektren notwendig, auch in der Simulation den Winkelbereich entsprechend dem Experiment auf Austritts-

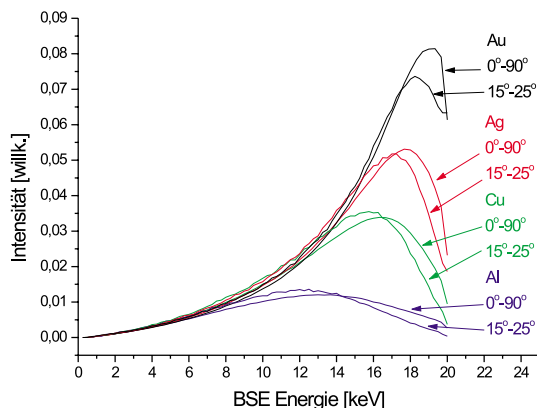


Abbildung 2.9: Vergleich von winkelselektierten Spektren und Spektren des gesamten Halbraums von Al, Cu, Ag und Au bei 20 keV Primärenergie.

winkel  $15^\circ \leq \zeta \leq 25^\circ$  einzuschränken.

Aufgrund des linearen Zusammenhangs in Gleichung (1.20) zwischen der Winkelverteilung der BSE und dem Rückstreukoeffizienten skaliert jedoch der mit den Spektren des gesamten Halbraums nach Gleichung (1.31) bestimmte Rückstreukoeffizient  $\eta$  mit dem Anteil der in den Winkelbereich  $\Delta\zeta$  emittierten Elektronen

$$\Delta\eta = \frac{1}{N_{PE}} \int_{50eV}^{E_0} \int_{\Delta\zeta} N_{BSE}(E, \zeta, E_0) d\zeta dE = \beta \cdot \eta. \quad (2.3)$$

Der Proportionalitätsfaktor kann mit Hilfe der Gleichung (3.6) bestimmt werden<sup>1</sup> und beträgt  $\beta = 0.112$  für einen Austrittswinkel  $15^\circ \leq \zeta \leq 25^\circ$ . Der mit *allen* in dieser Arbeit simulierten Spektren mit 20 kV Primärenergie und entsprechender Winkelselektion bestimmte Faktor beträgt  $\beta = 0.118 \pm 0.006$ .

Im Anhang A sind weitere Monte-Carlo Simulationen zur allgemeinen Überprüfung der Lambert'schen Kosinus-Verteilung der Rückstreuelektronen bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen zu finden.

## 2.5 Freitragende Schichten

Die Simulation der Rückstreukoeffizienten von freitragenden Schichten wurde mit Hilfe der Tiefenspektren von massiven Objekten aus Kapitel 2.2 durchgeführt. So

<sup>1</sup>Der Austrittswinkel  $\zeta$  entspricht dabei dem Spektrometereintrittswinkel  $\Theta$ .



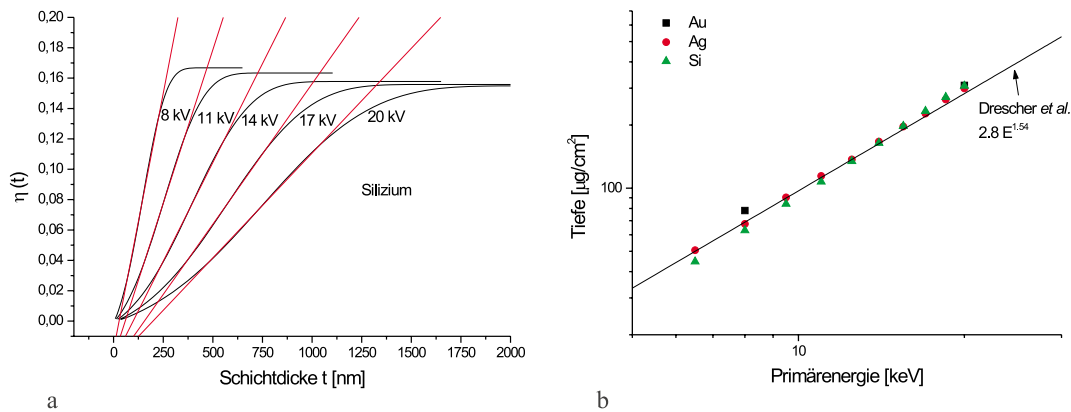


Abbildung 2.10: a) Durch numerische Integration von  $d\eta/dz$  von 0 bis  $t$  bestimmte Rückstreuoeffizienten in Abhängigkeit von  $t$  von Gold, Silber und Silizium bei verschiedenen Primärenergien und b) simulierte praktische Austrittstiefen von Gold, Silber und Silizium.

wurden die Rückstreuoeffizienten  $\eta(t)$  nach Gleichung (1.27) durch numerische Integration der simulierten Tiefenspektren  $d\eta/dz$  von 0 bis zur Schichtdicke  $t$  berechnet. Dabei werden alle Elektronen mit Umkehrtiefen die größer sind als  $t$  nicht berücksichtigt, was den transmittierten Elektronen bei freitragenden Schichten entspricht. Abbildung 2.10 a) zeigt die so bestimmten Rückstreuoeffizienten in Abhängigkeit von der Schichtdicke einer freitragenden Schicht für verschiedene Beschleunigungsspannungen am Beispiel von Silizium. Man erkennt den in Gleichung (1.23) gezeigten linearen Zusammenhang zwischen  $\eta$  und  $t$ . Aus dem Schnittpunkt der linearen Extrapolation mit dem Sättigungswert  $\eta_\infty$  lässt sich die praktische Austrittstiefe  $T_E$  bestimmen (siehe Kapitel 1.3.5). Auf diese Weise wurden die praktischen Austrittstiefen für die Reinelemente Silizium, Silber und Gold für 10 verschiedene Primärenergien bestimmt und in Abbildung 2.10 b) in doppelt logarithmischer Auftragung abgebildet. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung der aus der Simulation gewonnenen Daten mit den experimentell bestimmten Werten nach Gleichung (1.24) von Drescher *et al.* [17] zu erkennen.

## 2.6 Mehrfachschichtsysteme

Um die Möglichkeit der quantitativen Bestimmung von Schichtdicken und der tiefenselektiven Abbildung mittels Energiefilterung zu überprüfen, wurden Spektren

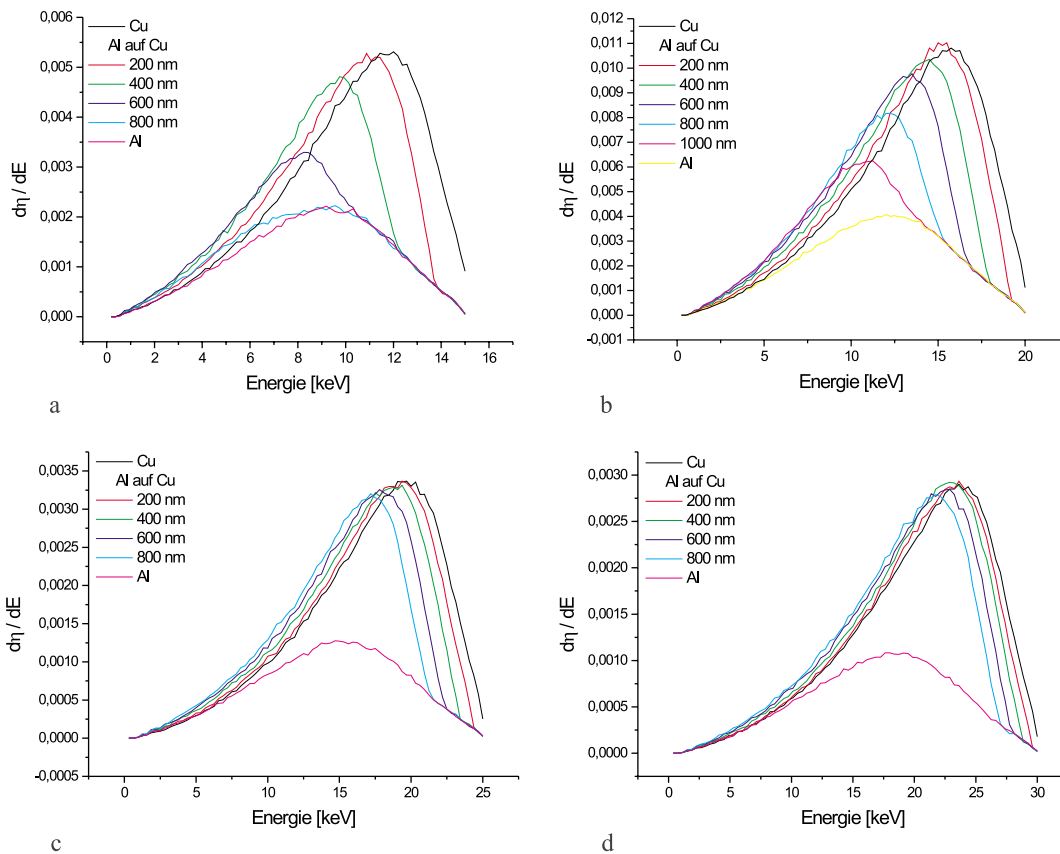


Abbildung 2.11: Simulierte Spektren von reinem Aluminium, 200, 400, 600 und 800 nm Aluminium auf massivem Kupfer und reinem Kupfer bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie.

von verschiedenen Mehrschichtsystemen mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation berechnet. Es werden solche Mehrschichtsysteme betrachtet, von denen mit Hilfe des Rau-Spektrometers in Kapitel 4 auch experimentelle Spektren und in Kapitel 5.1 energiegefilterte Abbildungen erzeugt werden. Um den experimentellen Bedingungen zu entsprechen, tragen nur Elektronen mit einem Austrittswinkel von  $15^\circ - 25^\circ$  zum Spektrum bei. Aufgrund dieses eingeschränkten Winkelbereichs wurde die Anzahl der Trajektorien für jedes Spektrum auf 20 Millionen erhöht.

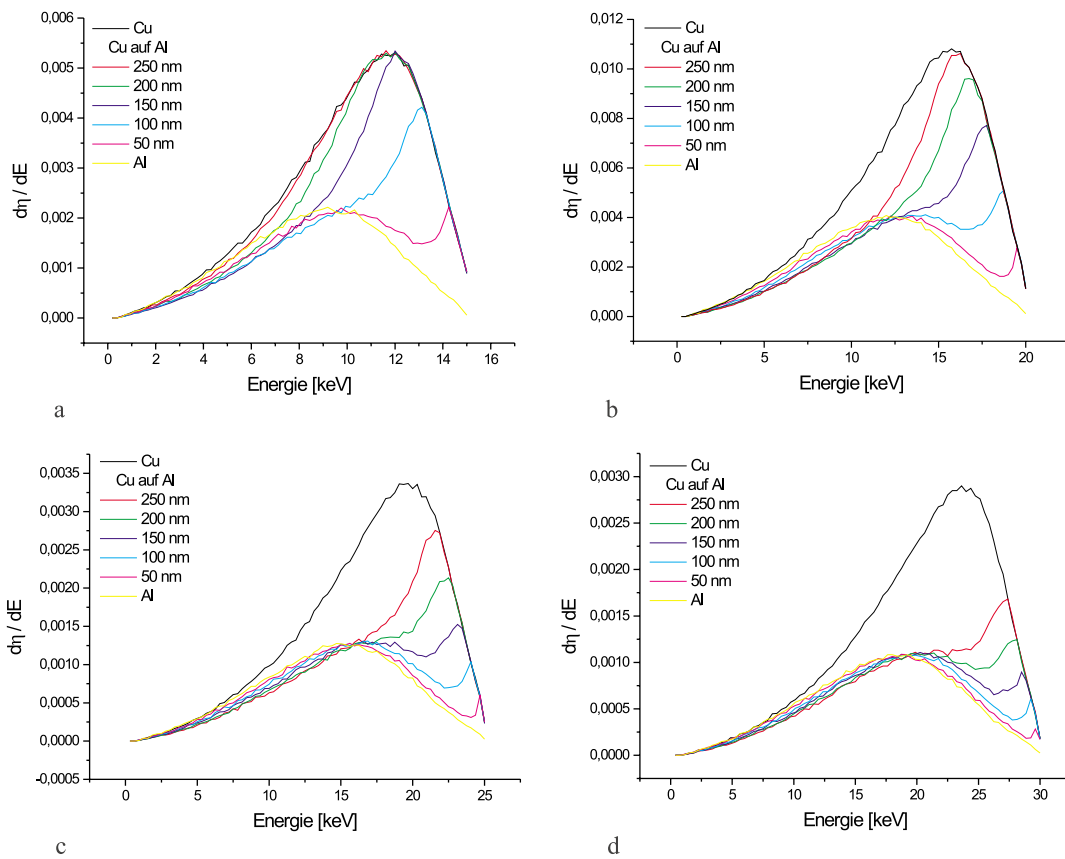


Abbildung 2.12: Simulierte Spektren von reinem Kupfer, 50, 100, 150, 200 und 250 nm Kupferschichten auf massivem Aluminium und reinem Aluminium bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie.

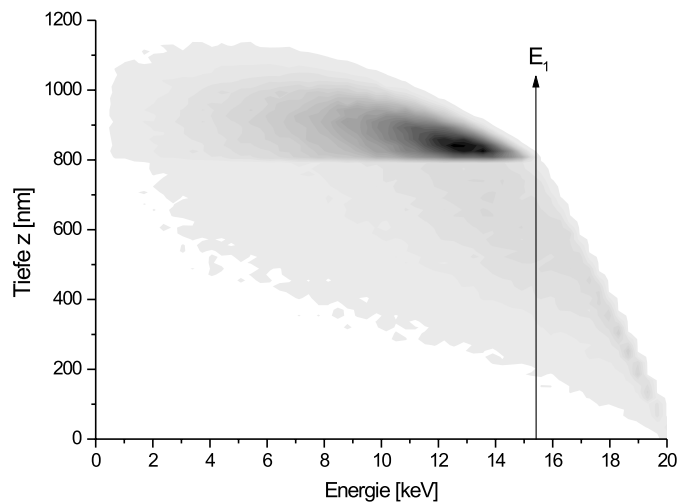


Abbildung 2.13: Energie- und Tiefenverteilung  $d^2\eta/dEdz$  für ein Objekt mit 800 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei 20 keV Primärenergie.

### 2.6.1 Schichtdickenbestimmung

Die Abbildungen 2.11 a)–d) zeigen die simulierten Spektren von 200, 400, 600 und 800 nm dicken Aluminiumschichten auf massivem Kupfer bei 15, 20, 25 und 30 kV Beschleunigungsspannung. In den Abbildungen 2.12 a)–d) sind die simulierten Spektren von 50, 100, 150, 200 und 250 nm dicken Kupferschichten auf massivem Aluminium abgebildet. In allen Spektren ist deutlich zu erkennen, daß der Spektrenverlauf der Zweischichtsysteme bis zu einer bestimmten Energie  $E_1$  mit dem Verlauf der Spektren der Reinelemente identisch ist. Unter einer Deckschicht liegende Materialänderungen beeinflussen oberhalb von  $E_1$  die Form des Spektrenverlaufs nicht. Unterhalb von  $E_1$  sind deutlich die Abweichungen der Spektrenverläufe von Mehrschichtobjekten von den Spektren der Reinelemente zu erkennen. Diese Abweichung ist somit auf eine Erhöhung bzw. Verringerung der Rückstreuung durch Änderung des Materials mit zunehmender Austrittstiefe  $z_{max}$  innerhalb des Objektes bei zunehmendem Energieverlust  $\Delta E$  zurückzuführen. Rückstreuelektronen mit mindestens der Energie  $E_1$  haben also „Kontakt“ mit der nächsten Schicht im Objekt gehabt. Elektronen mit höherem Energieverlust können schon weiter in die Schicht eingedrungen sein und somit einen längeren Weg zurückgelegt haben, wie in Abbil-

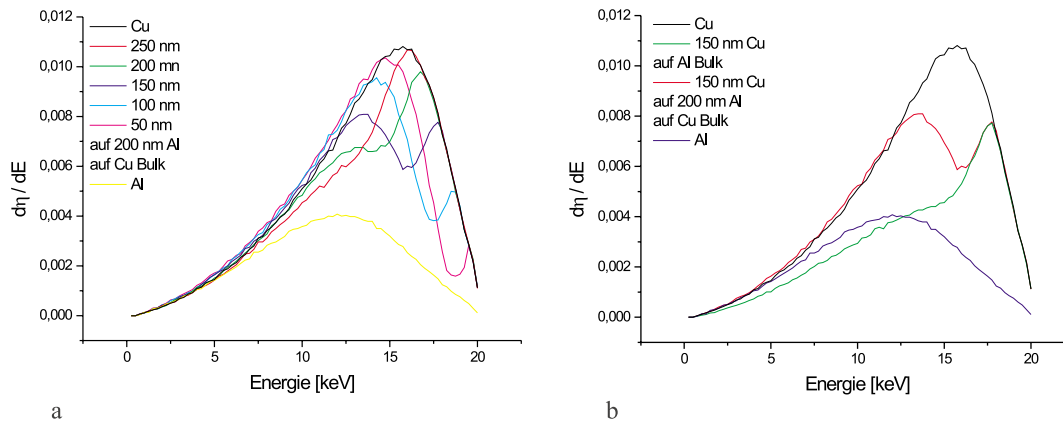


Abbildung 2.14: a) Spektren von 50, 100, 150, 200 und 250 nm Kupferschichten auf 200 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei 20 keV PE und b) simulierte Spektren von 150 nm Kupfer auf 200nm Aluminium auf massivem Kupfer, 150nm Kupfer auf massivem Aluminium und den Reinelementen Kupfer und Aluminium bei 20 keV PE.

Abbildung 2.13 zu erkennen ist. Dort ist beispielhaft die Energie- und Tiefenverteilung  $d^2\eta/dEdz$  für ein Objekt mit 800 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei 20 keV PE dargestellt. Deutlich ist die Position der Energie  $E_1$  bei 15,4 keV zu erkennen (vgl. Abbildung 2.11 b)). Ebenfalls erkennt man die erhöhte Rückstreuung und geringere Austrittstiefe innerhalb des Kupfers.

In Abbildung 2.14 a) sind die Spektren eines Dreifachschichtsystems bei 20 keV Primärenergie dargestellt. Dort wurden 50, 100, 150, 200 und 250 nm dicke Kupferdeckschichten auf einer 200 nm Aluminiumschicht über massivem Kupfer simuliert. Man erkennt die Übereinstimmung der Spektren bis zu einer Energie  $E_2$  mit dem Verlauf der Kupfer-Aluminium-Spektren in Abbildung 2.12 b). Dieses wird am Beispiel der 150 nm Kupferschicht in Abbildung 2.14 b) explizit dargestellt. Das zeigt, daß auch unter zwei Schichten verborgene Materialänderungen erst ab bestimmten Energien und den damit verbundenen Austrittstiefen die Spektren beeinflussen. Bis zu  $E_2 = 16,5$  keV ist der Verlauf der beiden Spektren identisch, also bis Elektronen mehr als insgesamt 350 nm in das Objekt eingedrungen sind und wieder zurückgestreut wurden. Die aus den Spektren bestimmten Energien  $E_1$  wurden zur quantitativen Bestimmung der Schichtdicken mit Hilfe der Modelle von Bethe nach Gleichung (1.37), Thomson und Widdington bzw. Kanaya und Okayama nach Gleichung (1.47), wie in Kapitel 1.4.1 beschrieben, herangezogen. Tabelle 2.1 zeigt die

nach diesen Modellen bestimmten Aluminiumschichtdicken auf massivem Kupfer. Tabelle 2.2 zeigt die berechneten Kupferschichtdicken auf massivem Aluminium. Man erkennt bei relativ zur Primärenergie nicht zu dünnen Schichten eine gute Übereinstimmung der simulierten Schichtdicken mit denen, die nach dem Bethe-Modell berechnet wurden. Da dieses Modell in der Simulation implementiert ist, zeigt dieses eine nur geringe Mehrfachstreuung einiger BSE sowohl beim leichten Aluminium als auch beim schwererem Kupfer.

Die nach den zwei anderen Modellen berechneten Dicken sind systematisch kleiner als die in die Simulation eingesetzten.

Tabelle 2.3 zeigt die aus  $E_1$  und  $E_2$  bestimmten Dicken der 200 nm Aluminiumzwischen-schicht der Dreifachschichten. Man erkennt innerhalb der Fehlergrenzen eine gute Übereinstimmung aller berechneten Werte mit den simulierten 200 nm.

Somit ist mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation nachgewiesen, daß die Energieverteilung der Rückstreuelektronen von Mehrfachschichten Informationen über die Dicke der einzelnen Schichten liefert. Durch die Anwendung des korrekten Modells ist die Berechnung der Schichtdicken sowohl von Deck- als auch Zwischenschichten durch die Bestimmung der Energien  $E_1$  und  $E_2$  aus dem Spektrenverlauf möglich.

### 2.6.2 Energiegefilterte Abbildung

Durch die Betrachtung einzelner Energiekanäle, was der Positionierung von „Energiefenstern“ in das Spektrum entspricht, wodurch nur Rückstreuelektronen einer bestimmten Energie zur Abbildung herangezogen werden, soll die Möglichkeit der tiefenempfindliche Abbildung von Mehrfachschichtsystemen erprobt werden [32]. Die Abbildungen 2.15–2.17 zeigen die Energiespektren, die Energie- und Tiefenverteilungen und die Tiefenspektren von drei beispielhaften Schichtsystemen. In den Spektren und den Energie- und Tiefenverteilungen sind zusätzlich die Lagen der untersuchten Energiefenster eingezeichnet. In den Energie- und Tiefenverteilungen ist zu erkennen, aus welchen Tiefen die Elektronen mit welcher Energie zurückgestreut werden. Man sieht deutlich die Änderung der Rückstreuung bei einer Änderung des Materials in der Schichtfolge. Anhand der Tiefenspektren ist zu erkennen, aus welchen Tiefen das Signal in den Energiefenstern kommt.

Abbildung 2.15 a) zeigt das Spektrum von 400 nm Aluminium auf massivem Kupfer. Bei 18.6 keV und 10.3 keV sind die zwei in das Spektrum gelegten Energiefenster markiert. Im Tiefenspektrum der Abbildung 2.15 b) sind die Tiefenverteilungen  $d\eta/dz$

Schichtfolge	In Simulation eingesetzt Dicke [nm]	Bethe [nm]	T-W [nm]	K-O [nm]	$E_1$ [keV]
$E_0 = 15$ kV					
Aluminium	200	$182 \pm 17$	$160 \pm 12$	$167 \pm 11$	$13.75 \pm 0.15$
Aluminium	400	$397 \pm 17$	$343 \pm 12$	$365 \pm 11$	$12.2 \pm 0.15$
Aluminium	600	$614 \pm 17$	$524 \pm 12$	$569 \pm 11$	$10.4 \pm 0.15$
Aluminium	800	$864 \pm 17$	$722 \pm 12$	$809 \pm 11$	$8.0 \pm 0.15$
Kupfer	massiv				
$E_0 = 20$ kV					
Aluminium	200	$141 \pm 32$	$132 \pm 28$	$124 \pm 27$	$19.25 \pm 0.15$
Aluminium	400	$384 \pm 32$	$357 \pm 28$	$340 \pm 27$	$17.9 \pm 0.15$
Aluminium	600	$597 \pm 32$	$550 \pm 28$	$530 \pm 27$	$16.65 \pm 0.15$
Aluminium	800	$816 \pm 32$	$747 \pm 28$	$728 \pm 27$	$15.3 \pm 0.15$
Aluminium	1000	$1007 \pm 32$	$915 \pm 28$	$902 \pm 27$	$14.0 \pm 0.15$
Kupfer	massiv				
$E_0 = 25$ kV					
Aluminium	200	$142 \pm 33$	$139 \pm 29$	$121 \pm 29$	$24.35 \pm 0.15$
Aluminium	400	$352 \pm 33$	$343 \pm 29$	$301 \pm 29$	$23.4 \pm 0.15$
Aluminium	600	$573 \pm 33$	$557 \pm 29$	$492 \pm 29$	$22.4 \pm 0.15$
Aluminium	800	$775 \pm 33$	$749 \pm 29$	$667 \pm 29$	$21.4 \pm 0.15$
Kupfer	massiv				
$E_0 = 30$ kV					
Aluminium	200	$97 \pm 37$	$99 \pm 33$	$81 \pm 32$	$29.65 \pm 0.15$
Aluminium	400	$300 \pm 37$	$303 \pm 33$	$249 \pm 32$	$28.85 \pm 0.15$
Aluminium	600	$553 \pm 37$	$558 \pm 33$	$462 \pm 32$	$27,85 \pm 0.15$
Aluminium	800	$763 \pm 37$	$767 \pm 33$	$647 \pm 32$	$27.0 \pm 0.15$
Kupfer	massiv				

Tabelle 2.1: Mittels Bethe-Formel, Thomson-Whiddington und Kanaya-Okayama Modell ermittelte Aluminium-Schichtdicken auf massivem Kupfer bei vier Beschleunigungsspannungen.

Schichtfolge	In Simulation eingesetzt Dicke [nm]	Bethe [nm]	T-W [nm]	K-O [nm]	$E_1$ [keV]
$E_0 = 15$ kV					
Kupfer	50	$37 \pm 15$	$30 \pm 14$	$35 \pm 12$	$14.25 \pm 0.15$
Kupfer	100	$97 \pm 15$	$69 \pm 14$	$83 \pm 12$	$13.2 \pm 0.15$
Kupfer	150	$160 \pm 15$	$113 \pm 14$	$139 \pm 12$	$11.9 \pm 0.15$
Kupfer	200	$228 \pm 15$	$157 \pm 14$	$198 \pm 12$	$10.4 \pm 0.15$
Kupfer	250	$315 \pm 15$	$213 \pm 14$	$275 \pm 12$	$8.2 \pm 0.15$
Aluminium	massiv				
$E_0 = 20$ kV					
Kupfer	50	$35 \pm 17$	$27 \pm 12$	$28 \pm 11$	$19.5 \pm 0.15$
Kupfer	100	$85 \pm 17$	$65 \pm 12$	$71 \pm 11$	$18.75 \pm 0.15$
Kupfer	150	$147 \pm 17$	$112 \pm 12$	$123 \pm 11$	$17.8 \pm 0.15$
Kupfer	200	$198 \pm 17$	$150 \pm 12$	$166 \pm 11$	$17.0 \pm 0.15$
Kupfer	250	$243 \pm 17$	$183 \pm 12$	$204 \pm 11$	$16.25 \pm 0.15$
Aluminium	massiv				
$E_0 = 25$ kV					
Kupfer	50	$27 \pm 17$	$22 \pm 12$	$22 \pm 11$	$24.65 \pm 0.15$
Kupfer	100	$79 \pm 17$	$64 \pm 12$	$64 \pm 11$	$24.05 \pm 0.15$
Kupfer	150	$118 \pm 17$	$96 \pm 12$	$97 \pm 11$	$23.55 \pm 0.15$
Kupfer	200	$177 \pm 17$	$142 \pm 12$	$144 \pm 11$	$22.8 \pm 0.15$
Kupfer	250	$249 \pm 17$	$199 \pm 12$	$204 \pm 11$	$21.85 \pm 0.15$
Aluminium	massiv				
$E_0 = 30$ kV					
Kupfer	50	$19 \pm 13$	$16 \pm 12$	$15 \pm 11$	$29.8 \pm 0.15$
Kupfer	100	$69 \pm 13$	$58 \pm 12$	$55 \pm 11$	$29.25 \pm 0.15$
Kupfer	150	$118 \pm 13$	$99 \pm 12$	$94 \pm 11$	$28.75 \pm 0.15$
Kupfer	200	$178 \pm 13$	$149 \pm 12$	$142 \pm 11$	$28.1 \pm 0.15$
Kupfer	250	$241 \pm 13$	$201 \pm 12$	$193 \pm 11$	$27.4 \pm 0.15$
Aluminium	massiv				

Tabelle 2.2: Mittels Bethe-Formel, Thomson-Whiddington und Kanaya-Okayama Modell ermittelte Kupfer-Schichtdicken auf massivem Aluminium bei vier Beschleunigungsspannungen.



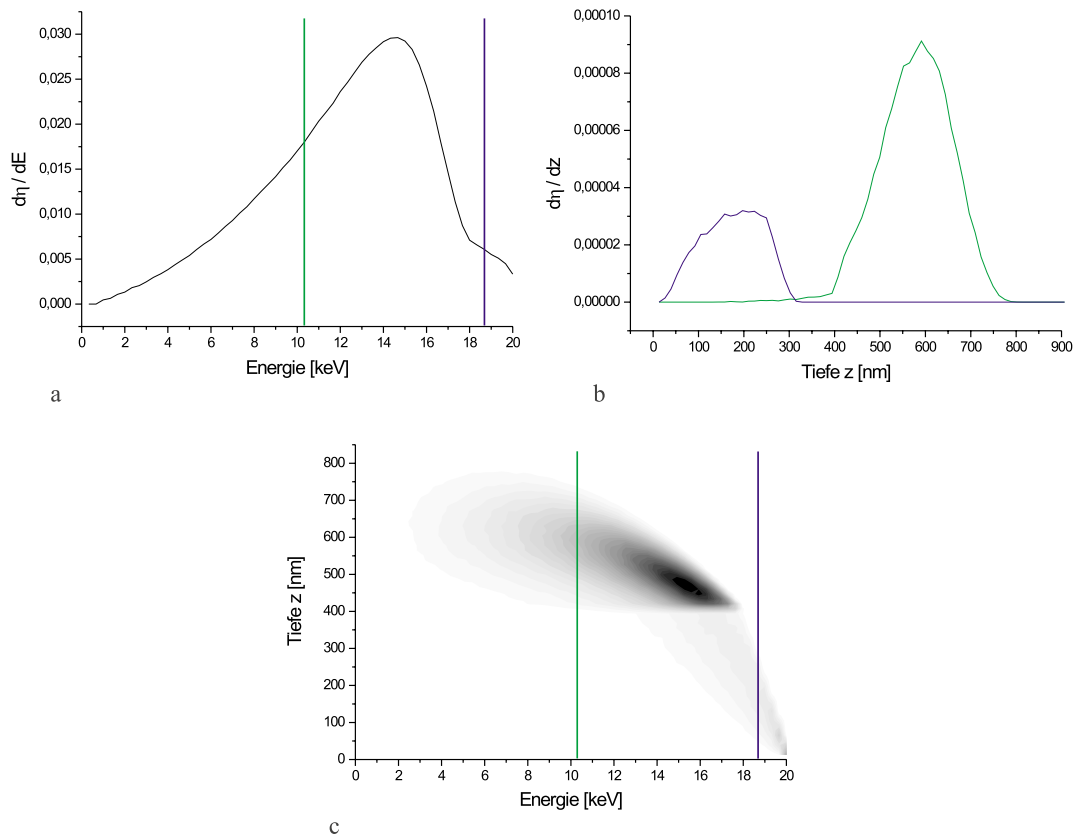


Abbildung 2.15: a) Energieverteilung  $d\eta/dE$ , b) Austrittstiefenverteilung  $d\eta/dz$  der markierten Energiefenster und c)  $d^2\eta/dEdz$  von 400 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei 20 keV PE.

In Simulation eingesetzte Dicke der Kupferdeck- schicht [nm]	Bethe [nm]	T-W [nm]	K-O [nm]	$E_1$ [keV]	$E_2$ [keV]
$E_0 = 20$ kV					
50	$183 \pm 55$	$170 \pm 54$	$162 \pm 50$	$19.5 \pm 0.15$	$18.5 \pm 0.15$
100	$195 \pm 55$	$179 \pm 54$	$173 \pm 50$	$18.75 \pm 0.15$	$17.65 \pm 0.15$
150	$220 \pm 55$	$200 \pm 54$	$197 \pm 50$	$17.8 \pm 0.15$	$16.5 \pm 0.15$
200	$227 \pm 55$	$204 \pm 54$	$205 \pm 50$	$17.0 \pm 0.15$	$15.6 \pm 0.15$
250	$241 \pm 55$	$215 \pm 54$	$219 \pm 50$	$16.25 \pm 0.15$	$14.7 \pm 0.15$
200 nm Aluminium	massives Kupfer				

Tabelle 2.3: Mittels Bethe-Formel, Thomson-Whiddington und Kanaya-Okayama Modell ermittelte Aluminium-Zwischenschicht Dicken unter verschiedenen Kupfer-Schichten und über massivem Kupfer bei 20 kV Beschleunigungsspannung.

der Elektronen mit dem entsprechenden Energieverlust aufgetragen. Man erkennt die klare Trennung der Tiefensignale durch die beiden Energiefenster. Abbildung 2.15 c) zeigt in der Verteilung  $d^2\eta/dEdz$  aus welchem Energie- und Tiefenbereich die Elektronen stammen.

Abbildung 2.16 a) zeigt das Spektrum und die Lage der Energiefenster von 400 nm Aluminium auf einer 100 nm Kupferschicht über massivem Aluminium. Im Tiefenspektrum des ersten Energiefensters bei 18.6 keV sieht man wiederum das reine Aluminium-Signal. Durch das zweite Fenster bei 15.3 keV wird die 100 nm Kupferschicht abgebildet, jedoch ist dem Signal des Kupfers ein wenig Aluminium-Signal von den darüber und darunter liegenden Schichten überlagert. Im dritten Fenster bei 8.3 ist zu erkennen, daß aufgrund der Kupferschicht eine reine Abbildung des massiven Aluminiums nur schwer möglich ist.

Das Spektrum der umgekehrten Schichtfolge ist in Abbildung 2.17 a) dargestellt. In der Tiefenverteilung des ersten Fensters bei 19.0 keV in Abbildung 2.17 b), ist deutlich zu erkennen, daß eine reine Darstellung der 100 nm Kupfer Deckschicht möglich ist. Es können also ebenso schwerere Deckschichten auf leichtem Material dargestellt werden. Auch das massive Kupfer im dritten Fenster bei 10.3 keV wird

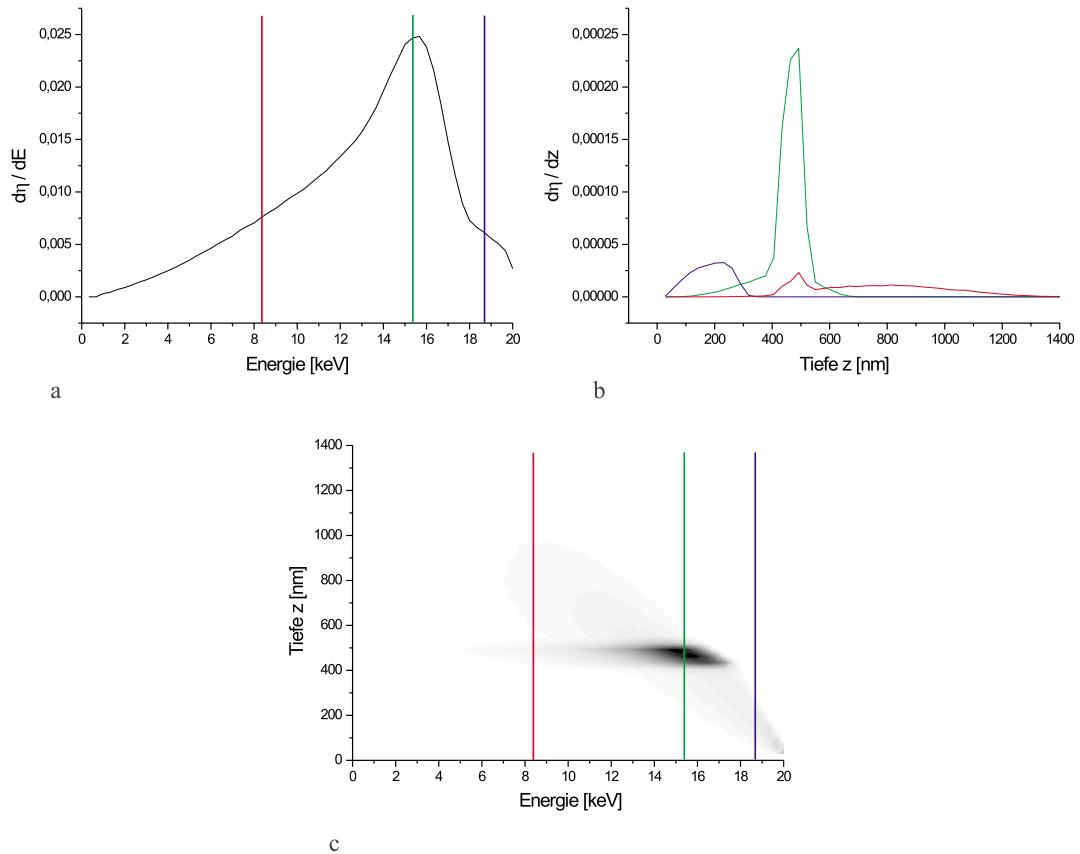


Abbildung 2.16: a) Energieverteilung  $d\eta/dE$ , b) Austrittstiefenverteilung  $d\eta/dz$  der markierten Energiefenster und c)  $d^2\eta/dEdz$  von 400 nm Aluminium auf 100 nm Kupfer auf massivem Aluminium bei 20 keV PE.

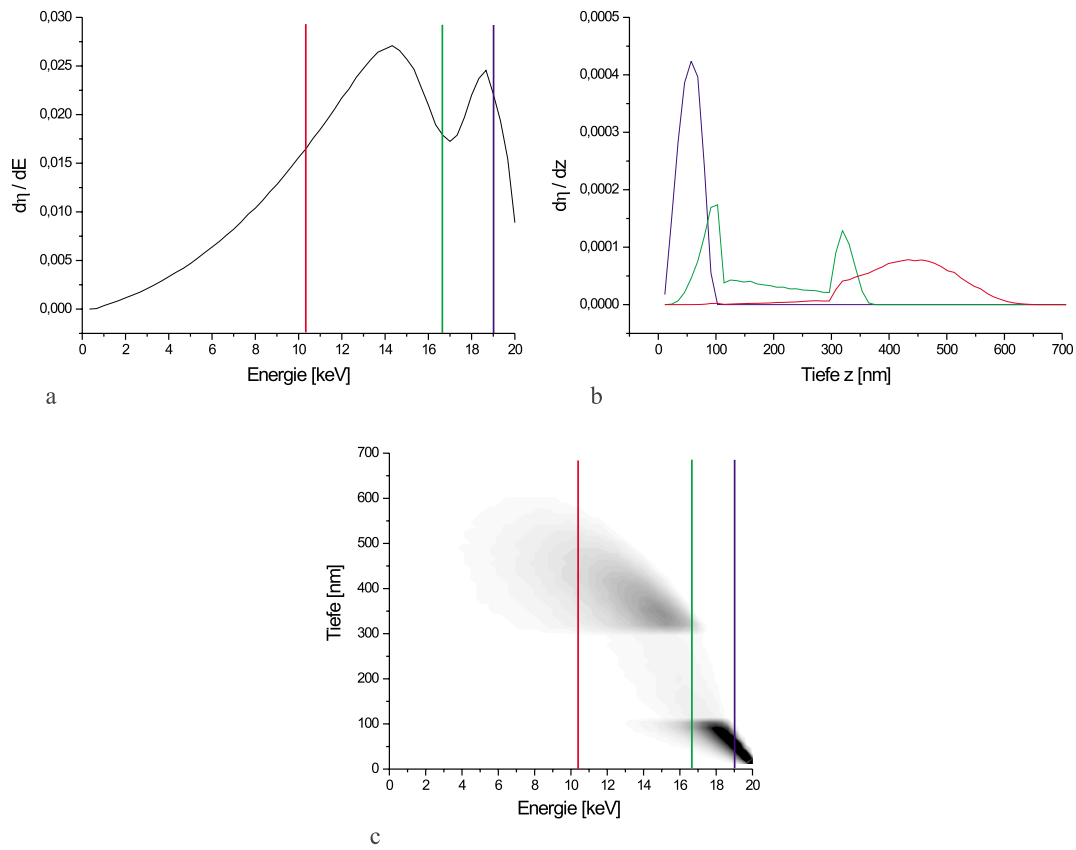


Abbildung 2.17: a) Energieverteilung  $d\eta/dE$ , b) Austrittstiefenverteilung  $d\eta/dz$  der markierten Energiefenster und c)  $d^2\eta/dEdz$  von 100 Kupfer auf 200 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei 20 keV PE.

klar dargestellt. Jedoch ist das Signal der dazwischen liegenden 200 nm Aluminiumschicht von einem starken Kupfer Signal überlagert.

Insgesamt ist also eine „reine“ Darstellung der einzelnen Schichten, insbesondere der obersten Schicht, möglich. Niedrig und Rau schlagen zur Darstellung vermischter Tiefensignale eine digitale Nachbearbeitung der Bilder vor [53]. Dadurch sollte eine Tomographie auch verborgener Schichten möglich sein.

## 2.7 Dreidimensionale Verteilung der Umkehrpunkte

Die dreidimensionale Verteilung der Umkehrpunkte im Festkörper macht Aussagen über die laterale Auflösung und die Tiefenauflösung der Abbildungen mit Rückstreu-elektronen. Bevor die Elektronen das Objekt als BSE wieder verlassen, erreichen sie aufgrund der in Kapitel 1.3 beschriebenen Diffusionsprozesse, eine Eindring- beziehungsweise Austrittstiefe  $z$ . In dieser Tiefe sind die Elektronen ebenfalls in einen lateralen Abstand  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$  relativ zum Auftreffpunkt der PE diffundiert. Diese experimentell nicht direkt zugänglichen Daten können mit Hilfe der Simulation gewonnen werden. Dazu wurde der Programmteil DISTR des Programmpakets MO-CASIM so modifiziert, daß sowohl der Ort des Umkehrpunktes  $(x, y, z)$  innerhalb des Objektes als auch die Energie und der Raumwinkel der Rückstreu-elektronen nach Verlassen des Objektes gespeichert werden. Damit wird der differentielle Rückstreu-koeffizient  $d^3\eta/dEd\Omega dV$  bestimmt.

Die Abbildungen 2.18 a)-c) zeigen die lateralen- und Tiefenverteilungen  $d^2\eta/dxdz$  für Kupfer mit drei Energiefenstern bei  $dE = 0.0 - 0.5, 2.0 - 2.5$  und  $4.0 - 4.5$  keV Energieverlust und 20 keV Primärenergie. Da nach Kapitel 2.4 ein kleiner Austrittswinkel zur Abbildung tiefer gelegener Strukturen herangezogen werden sollte, wurde ein Austrittswinkelbereich  $d\Omega = 10^\circ - 20^\circ$  gewählt. Diese Art der Darstellung entspricht einem zentralen Schnitt durch die „Diffusionswolke der Umkehrpunkte“ für verschiedene Energien der BSE nach Abbildung 2.18 d). Wie in Kapitel 2.2 gezeigt, erkennt man deutlich eine Vergrößerung des Austrittstiefenbereichs  $\Delta z$  mit zunehmendem Energieverlust der BSE, was eine größere „Tiefenunschärfe“ zur Folge hat. Darüber hinaus erkennt man hier die laterale Ausbreitung der Umkehrpunkte, was nun auch eine „laterale Unschärfe“ energiegefilterter Abbildungen mit BSE zeigt, da solche Abbildungen durch das Abrastern des Objektes mit dieser Ortsverteilungs-

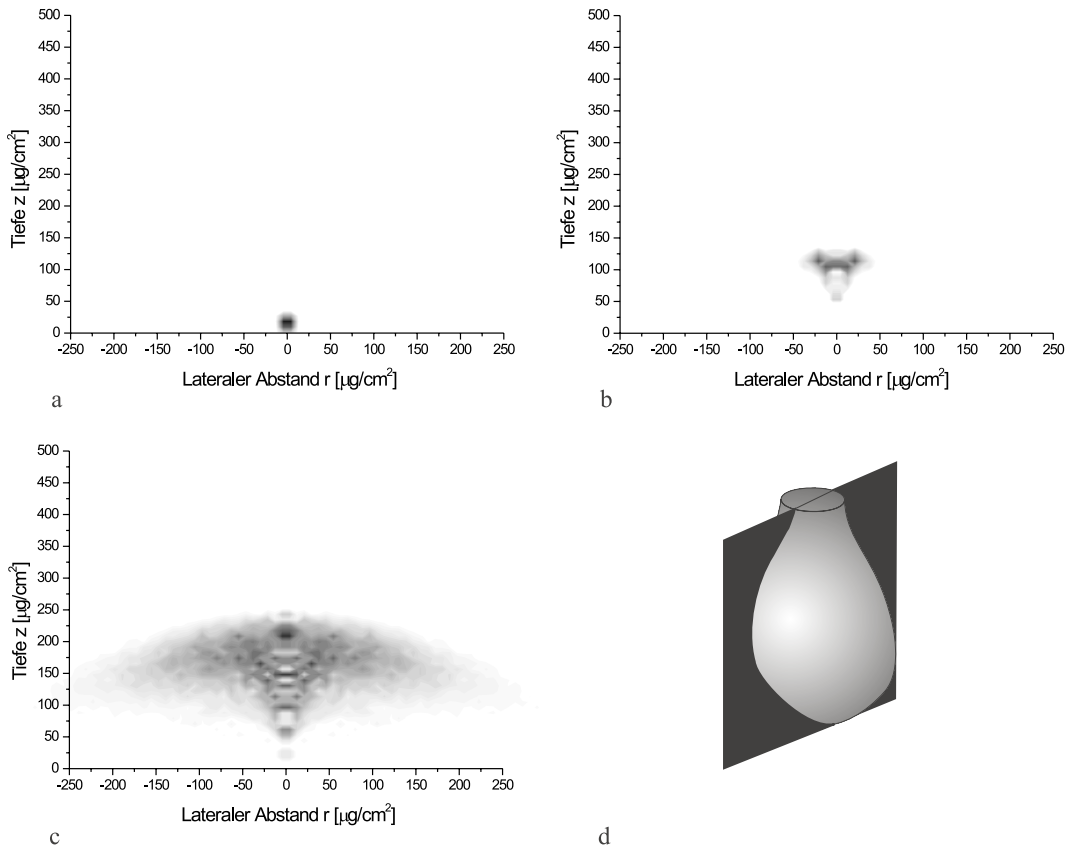


Abbildung 2.18: Laterale- und Tiefenverteilung  $d^2\eta/dxdz$  für Kupfer mit Energiefenstern bei a)  $dE = 0.0 - 0.5$ , b)  $2.0 - 2.5$  und c)  $4.0 - 4.5$  keV Energieverlust unter einem Austrittswinkel von  $d\Omega = 10^\circ - 20^\circ$  bei 20 keV Primärenergie und d) schematische Darstellung des zentralen Schnittes durch die „Diffusionswolke der Umkehrpunkte“. Die Dichte von Kupfer beträgt  $\rho_{Cu} = 8.92 \text{ g/cm}^3$ .

funktion 2-dimensional gefaltet werden.

Eine Integration von  $d^3\eta/dEd\Omega dV$  über  $x$  und  $y$  ergibt die Verteilung der maximalen Austrittstiefen  $d^3\eta/dEd\Omega dz$ . In Abbildung 2.19 a) ist die Tiefenverteilung in Abhängigkeit vom Austrittswinkel  $d^2\eta/d\Omega dz$  für zwei Energiefenster mit  $dE = 19.0 - 19.5$  und  $13.5 - 14.0$  keV aufgetragen. Man erkennt wiederum die Vergrößerung der „Tiefenunschärfe“ mit zunehmendem Energieverlust. Darüber hinaus wird die Abnahme der Austrittstiefe mit zunehmendem Austrittswinkel deutlich. Dies bestätigt, wie in Kapitel 2.4 gezeigt, daß bei der Abbildung tiefer gelegener Strukturen die Verwendung kleiner Austrittswinkel erforderlich ist. Ebenfalls erkennt man eine flache Winkelverteilung der Rückstreuelektronen mit geringer Austrittstiefe mit einem Maximum bei  $50^\circ$ . Wie in Kapitel 2.5 beschrieben, kann diese oberflächennahe Schicht auch als freitragend angesehen werden. In einer solchen dünnen Schicht sollten hauptsächlich Einzelstreuprozesse stattfinden, die nach dem Rutherford'schen Wirkungsquerschnitt (Gl. 1.2) mit einer  $1/\sin^4(\theta/2)$  Winkelverteilung beschrieben werden können. Diese hat im Winkelbereich von  $90^\circ - 180^\circ$  bei  $90^\circ$  ihr Maximum. Eine solche flache Winkelverteilung für Elektronen mit geringem Energieverlust ist also zu erwarten und wurde von Hohn [33] auch experimentell an Kohlenstoff Filmen gezeigt. Mit  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$  ergibt eine Integration über alle Austrittstiefen  $dz$  von  $d^3\eta/dEd\Omega dV$  die Abstandsverteilung  $d^3\eta/dEd\Omega dr$ . Diese gibt an, in welchem Abstand vom Rasterfleck die Umkehrpunkte in Abhängigkeit von der Energie der BSE liegen. Abbildung 2.19 b) zeigt diese projizierte Abstandsverteilung  $d^2\eta/dEdr$  in Abhängigkeit von der Energie. Es ist deutlich zu erkennen, daß BSE mit geringem Energieverlust an ihrem Umkehrpunkt nur geringe Abstände vom Auftreffort der Primärelektronen erreichen. Diese Abstände steigen mit zunehmendem Energieverlust an.

## 2.8 Signal eines Topdetektors bei Variation der Primärenergie

In Kapitel 1.4.2 wurde die Möglichkeit der tiefenselektiven Abbildung bzw. dreidimensionalen Rekonstruktion von geeigneten Festkörpern durch die Variation der Primärenergie und Detektion der Rückstreuelektronen gezeigt. Dabei wird jede Änderung in der Schichtstruktur aus der Änderung des Signals eines BSE-Detektors bestimmt. Dieses Verfahren soll im weiteren mit Hilfe der Monte-Carlo Methode ge-

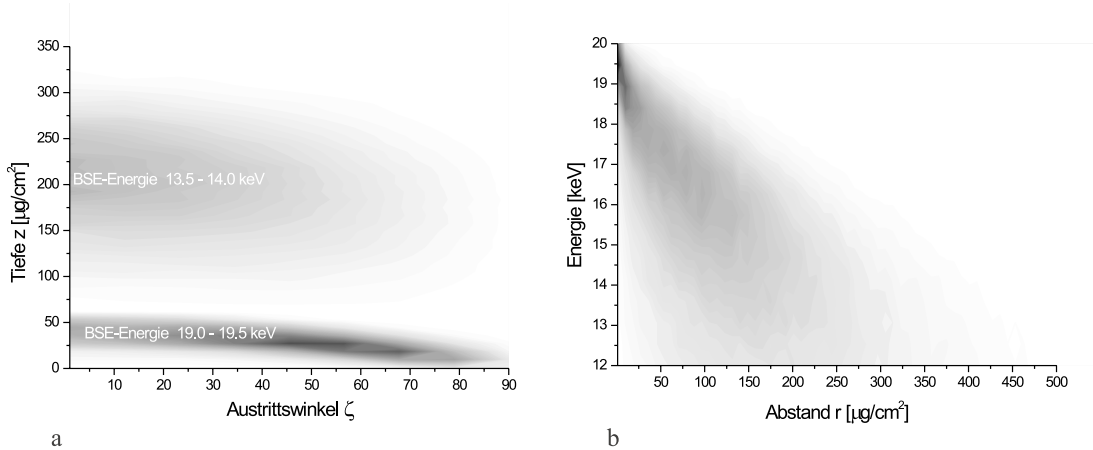


Abbildung 2.19: a) Tiefenverteilung  $d^2\eta/d\Omega dz$  in Abhängigkeit vom Austrittswinkel für zwei Energiefenster mit  $dE = 19.0 - 19.5$  und  $13.5 - 14.0$  keV und b) projizierte Ortsverteilung  $d^2\eta/dE dr$  in Abhängigkeit von der Energie von Kupfer bei 20 keV Primärenergie. Die Dichte von Kupfer beträgt  $\rho_{Cu} = 8.92$  g/cm<sup>3</sup>.

prüft werden. Dazu wird die Energie- und Austrittstiefenverteilungen  $d^2\eta/dEdz$  der rückgestreuten Elektronen von verschiedenen Objekten herangezogen. Mit diesen Daten wurde der Grauwert  $G$ , den ein Szintillations- oder Halbleiter BSE-Detektor in der Abbildung liefert, simuliert. Da das Signal zur Energie der detektierten Elektronen proportional ist, wurden die Energiekanäle mit der Energie der Rückstreuelektronen gewichtet (siehe Kapitel 3.1.1). Der Grauwert in einer Abbildung ergibt sich somit aus

$$G = \frac{1}{N_{PE}} \int E \cdot N_{BSE}(E, z, E_0) dEdz. \quad (2.4)$$

Es wurde als Näherung angenommen, daß bei der energieabhängigen Detektion der BSE kein Energieschwellwert existiert und der gesamte Halbraum oberhalb der Probe erfaßt wird. Aufgrund des gleichen Spektrenverlaufs (siehe Kapitel 2.2), dem somit konstanten Rückstreukoeffizienten und der Wichtigkeit dieser Spektren mit der Energie, steigen die Grauwerte eines reinen Objektes bei steigender Primärenergie linear an. Dieses ist in Abbildung 2.20 a) für die simulierten Grauwerte von Silizium, Kupfer, Silber und Gold deutlich zu erkennen. Aufgrund der unterschiedlichen Form der Spektren und der verschiedenen Rückstreukoeffizienten  $\eta$  bei Objekten mit unterschiedlichen Ordnungszahlen ändert sich die Steigung mit der Ordnungszahl. Eine experimentelle Bestätigung der Monte-Carlo Simulation wurde mit Hilfe eines Top-



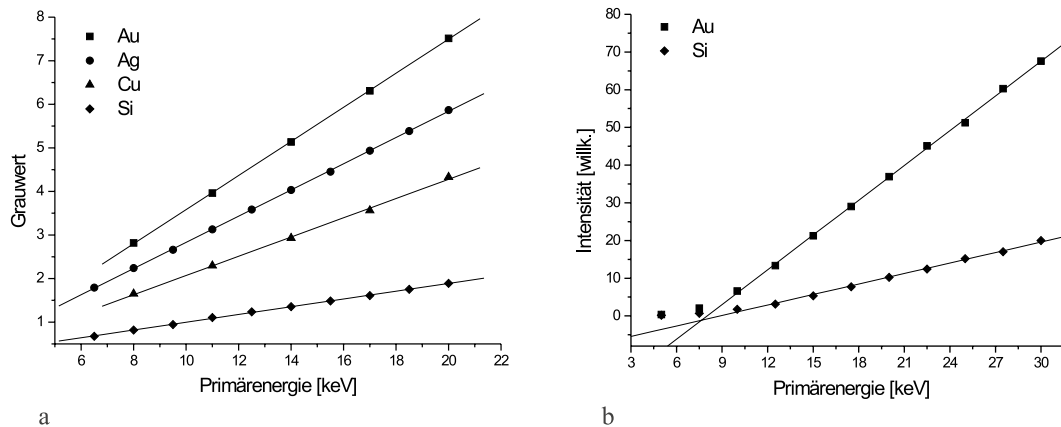


Abbildung 2.20: Abhängigkeit der Grauwerte von der Primärenergie bei der BSE-Detektion von Reinelementen a) Monte-Carlo simuliert und b) gemessen.

Szintillationsdetektors an Silizium und Gold durchgeführt (siehe Abbildung 2.20 b)). Eine Änderung der Steigung bei Variation der Primärenergie bedeutet also, daß die Elektronen eine andere Schicht in der Tiefe erreicht haben. In Abbildung 2.21 a) sind die simulierten Grauwerte des BSE Signals von drei Objekten in Abhängigkeit von der Primärenergie aufgetragen. Das Signal des reinen Kupfers steigt linear an. Folgt nach 100 nm Kupfer massives Aluminium, ist zu erkennen, daß das Signal bei einer Energie von 8 kV von der Linearität des Signals des reinen Materials abweicht. Anschließend steigt es mit geringerer Steigung wieder linear an. Folgt nach 100 nm Kupfer und 200 nm Aluminium wiederum massives Kupfer, sieht man bei 11 kV wieder ein höheres linear ansteigendes Signal, dem aufgrund der geringeren Rückstreuung der Aluminium-Zwischenschicht aber im Vergleich zum reinen Kupfer Intensität fehlt.

Die umgekehrte Schichtfolge ist in Abbildung 2.21 b) aufgetragen. Bei dem reinem Aluminium erkennt man wiederum den linearen Anstieg. Folgt nach 400 nm Aluminium massives Kupfer, ist bei 9.5 kV ein stärkerer linearer Anstieg des Signals zu erkennen. Folgt nach 400 nm Aluminium und 100 nm Kupfer wiederum massives Aluminium, fällt das Signal bei 12kV wiederum ab. Nun können mit Hilfe der Änderungen der Steigung Schwellwerte für die Grauwerte in der BSE-Abbildung gesetzt werden. Darüberhinaus kann mit Hilfe der empirischen Libby-Formel nach Gleichung (1.26) aus den Primärenergien auf die Dicke der Schichten geschlossen

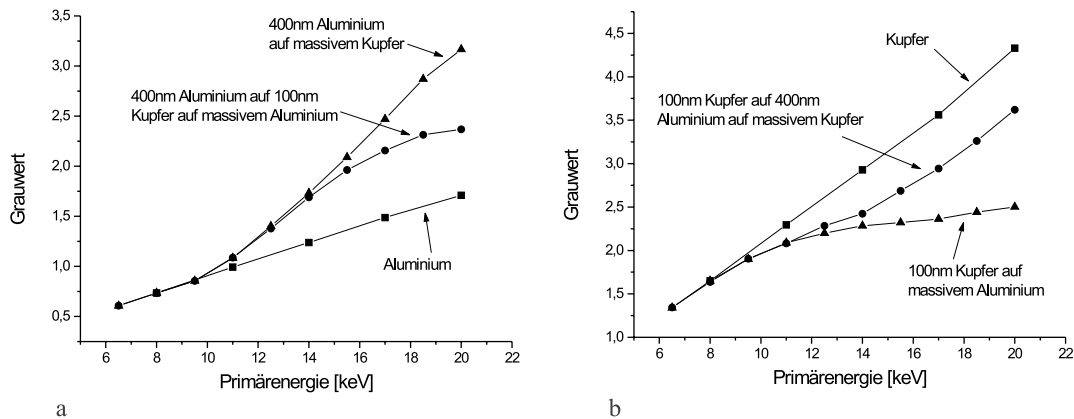


Abbildung 2.21: Abhängigkeit der simulierten Grauwerte von der Primärenergie bei der BSE-Detektion von Schichtsystemen a) und b).

werden. In Tabelle 2.4 sind die somit ermittelten Werte der Schichtdicken aufgezeigt. Die Schichtdicken liegen systematisch 10–70% über den Werten, die in die Simulation eingesetzt wurden. Das liegt vermutlich an der Annahme in Gleichung (1.26), daß die BSE aus der halben gesamten Reichweite  $R_x$  die Oberfläche wieder erreichen. Das Verhältnis der Eindringtiefen zu Austrittstiefen bei konstanter Beschleunigungsspannung in Gleichung (1.25) ist geringer. Darüber hinaus unterliegt diese Methode der dreidimensionalen Rekonstruktion von Mehrschichtsystemen den in Kapitel 1.4.2 erläuterten Beschränkungen, daß sie nur bei Beschleunigungsspannungen oberhalb von ca. 5 kV und einem hohen Ordnungszahl- bzw. Rückstreu- koeffizientenunterschied zwischen den einzelnen Schichten funktioniert.

Material	In Simulation eingesetzte Dicke [nm]	gemessene Austrittstiefe $T_x$ [nm]	PE [kV]
1. Schichtfolge			
Kupfer	100	$119 \pm 13$	$8.0 \pm 0.5$
Aluminium	200	$340 \pm 100$	$11.0 \pm 0.5$
Kupfer	massiv		
2. Schichtfolge			
Aluminium	400	$526 \pm 90$	$9.5 \pm 0.5$
Kupfer	100	$113 \pm 17$	$12.0 \pm 0.5$
Aluminium	massiv		

Tabelle 2.4: Mittels Variation der Primärenergie und Libby-Formel ermittelte Austrittstiefen

## Kapitel 3

# Spektroskopie im Rasterelektronenmikroskop mittels eines toroidalen Sektorfeld- Spektrometers

Bei der Untersuchung der rückgestreuten Elektronen bezüglich ihrer Energie werden in der Rasterelektronenmikroskopie zumeist zwei unterschiedliche Methoden angewandt. Eine ist die Hochpaßfilterung, die mittels eines elektrostatischen Gegenfeldes realisierbar ist. Kässens [41] und Schindler [79] verwendeten dafür halbkugelförmige Molybdännetze zur Retardierung von Rückstreu- und Sekundärelektronen. Somit werden alle Elektronen detektiert, deren Energie ausreicht, um diese Potentialbarriere zu überwinden. Um aus diesen Gegenspannungskurven die Energieverteilung zu erhalten, wurde das Signal mittels eines Lock-In-Verstärkers unmittelbar oder später numerisch differenziert. Essers gelang mit solchen hemisphärischen Gegenfeldern die Spektroskopie von Augerelektronen im Rasterelektronenmikroskop zu realisieren [20].

Beim Einsatz eines Gegenfeldspektrometers zur Abbildung mittels energiegefilterter Rückstreuelektronen besteht daher das Signal aus allen Elektronen, deren Energie ausreicht, um die Potentialbarriere zu überwinden. Damit ist eine Selektion nach einzelnen Energien und somit auch eine Tiefenselektion mit Gegenfeldspektrometern unmöglich, da dies eine Überlagerung des Tiefensignals mit Elektronen aus höheren Schichten des Objektes bedeutet. Der Einsatz der Gegenfeldspektrometer

zur Abbildung in SEM beschränkt sich daher auf die *Low-Loss*-Filterung [56, 89]. Solch eine Überlagerung der Signale wird durch den Einsatz eines energiedispersiven Spektrometers vom Ablenkfeld-Typ verhindert. Dabei wird die energieabhängige Ablenkung der Elektronen in einem elektrostatischen oder magnetischen Feld, oder in einer Kombination aus beiden, ausgenutzt. Dadurch werden Elektronen eines bestimmten Energiefensters aus dem gesamten Spektrum heraus gefiltert, was einer Bandpaßfilterung entspricht und tiefenselektive Abbildungen möglich macht.

Es existieren im wesentlichen zwei Arten kommerzieller elektrostatischer Ablenkfeld-Spektrometer:

- Zylindrische Spiegelspektrometer, die aufgrund der Zylindersymmetrie einen großen Akzeptanzraumwinkel mit hoher Energieauflösung erfassen. Das Spektrometer befindet sich seitlich vom Objekt, weshalb dieses stark geneigt werden muß. Zur quantitativen Auswertung der Spektren und der energiegefilterten Abbildung ist jedoch ein senkrechter Elektroneneinfall nötig.
- Sphärische Spektrometer haben aufgrund einer Punkteintrittsblende einen nur sehr kleinen Akzeptanzraumwinkel, wodurch die Anzahl der registrierten BSE gering ist. Das resultierende kleine Signal-zu-Rausch Verhältnis läßt keine Abbildung mit energiegefilterten Rückstreuelektronen zu.

Da nur toroidale Sektorfeld-Spektrometer vom Typ des Rau-Spektrometers [2, 60] neben der Aufnahme von Spektren rückgestreuter Elektronen ebenfalls Abbildungen mittels bandpaßgefilterten BSE erlauben, wird im Folgenden auf die Eigenschaften und die Entwicklung eines solchen Spektrometers für den Einsatz im Hitachi S4000 Rasterelektronenmikroskop eingegangen.

### 3.1 Meßaufbau

Basierend auf den Arbeiten von Schindler [79] wurde zur computergestützten Steuerung des Spektrometers, der Detektion der Elektronen und energiegefilterten BSE-Abbildung eine Meßapparatur aufgebaut.

Die Hochspannung zur Erzeugung der Elektrodenablenkspannung wird von einem symmetrischen Doppelhochspannungsnetzgerät der Firma FuG geliefert. Eine Grobregelung erlaubt eine externe Ansteuerung der Hochspannung in einem Bereich von 0 bis  $\pm 9.5$  kV in Schritten von 4.65 V. Die zusätzliche Feinregelung erlaubt eine

Schrittweite von 0.24 V in einem Bereich von 0 bis  $\pm 0.5$  kV, so daß der maximale Ausgangsspannungsbereich 0 bis  $\pm 10$  kV beträgt. Die Restwelligkeit beträgt dabei weniger als  $0.5 \cdot 10^{-3}$  %. Die zwei Steuerspannungen liegen dabei zwischen 0 und 10 V.

Die Ansteuerung der Hochspannung geschieht mit einer analogen/digitalen Meß- und Steuerungskarte PC20 der Firma BMC. Die Computersteckkarte besitzt zwei analoge Ausgangskanäle, die separat programmierbare Spannungen bis  $\pm 10$  V mit einer Genauigkeit von 12 Bit ( $\pm 2.5$  mV) ausgeben und zwei analoge Eingangskanäle, die Spannungen bis  $\pm 10$  V mit einer Genauigkeit von 12 Bit einlesen.

Die Aufnahme der Abbildungen geschieht mittels einer ADDAII Schnittstelle und der AnalySIS-Software der Firma SIS. Die Software steuert mittels der Schnittstelle aktiv die Rastereinheit des Elektronenmikroskops mit einer Akquisitionszeit zwischen 1 und 1000 Millisekunden pro Pixel. Die Auflösung ist einstellbar mit bis zu  $4096 \times 4096$  Pixeln pro Bild.

Um mit Hilfe der Steuerungskarte die Hochspannung innerhalb von  $\pm 10$  kV von einem beliebigen Anfangswert bis zu einem beliebigen Endwert linear zu variieren und die Meßdaten aufzunehmen, wurde ein Steuer- und Meßprogramm in der Programmiersprache C entwickelt. Der Startwert wird durch den Ausgangskanal 1 mittels der Grobregelung eingestellt. Nach dem Anfahren des Startwertes kann im Programm zur Vermeidung von Nachleuchteffekten im Photomultiplier eine in der Länge variable Pause eingestellt werden. Der Endwert des Potentials wird je nach eingestellter Schrittweite mit der Grobregelung durch den Ausgangskanal 1 oder der Feinregelung durch den Ausgangskanal 2 angefahren. Dadurch ist die Schrittweite der Hochspannung zwischen 0.24 V und mehreren kV frei einstellbar und die Erzeugung von ansteigenden und abfallenden Rampen möglich. Aufgrund der Kapazitäten des Hochspannungsnetzgerätes ruht das Programm nach der Ansteuerung einige Millisekunden. Die anschließende Datenerfassung geschieht mit zwei analogen Eingangskanälen der Meßkarte, die eine Abtastrate von 350 Hz erlauben. Die Kanäle können vor einer Messung auf vier Meßbereiche  $\pm 10$ ,  $\pm 5$ ,  $\pm 2$  und  $\pm 1$  V eingestellt werden, die eine Genauigkeit von jeweils 12 Bit bzw. 0.025% aufweisen. Die Spektrenaufnahme geschieht mit Eingangskanal 1, wobei die Zahl der eingelesenen Werte pro angesteuerter Hochspannung frei einstellbar ist. Aus diesen Werten wird dann ein Mittelwert gebildet. Aufgrund der Schwankung der kalten Feldemissionskathode im Hitachi S-4000 ist eine Normierung der aufgenommenen Signale notwendig (siehe Kapitel 3.9). Da mit den verschiedenen Kanälen jedoch keine parallele Datenaufnah-

me möglich ist, wird nach der Hälfte der zu registrierenden Daten mit Eingangskanal 2 ein Referenzsignal aufgezeichnet. Um die Unterbrechung der Spektrenaufnahme so kurz wie möglich zu gestalten, wird aus nur 4 Referenzsignalen der Mittelwert gebildet. Nach der Spektrenaufnahme können das gemessene Signal, das Referenzsignal und das auf das Referenzsignal normierte Ausgangssignal in einem ASCII-Datenfile abgespeichert werden. Darüber hinaus ist eine Meßdatenaufnahme und -speicherung ohne Ansteuerung der Hochspannung möglich.

Bei allen Aufnahmen von energiegefilterten Abbildungen und Spektren, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt worden sind, wurde die Anodenstrommessung und die Einzelelektronenzählung mittels eines selbstgebauten Szintillator-Photomultiplier-Systems verwendet. Dies ist neben der Anwendung von Halbleiterdetektoren das am häufigsten verwendete Detektorsystem. Die einzelnen Komponenten wurden zur Optimierung des Gesamtsignals bezüglich ihrer Eigenschaften nach den Erkenntnissen von Schindler aufeinander abgestimmt [79].

Verwendet wurde ein NE102 Plastik-Szintillator mit einer Peak-Wellenlänge von 442 nm (siehe auch Kapitel 3.1.2). Die nichtleitende Eintrittsfläche der Elektronen am Szintillator wurde zur Verhinderung von Aufladungen mit einer 30 nm dicken Aluminiumschicht bedampft, die beim Einbau im SEM geerdet wurde. Durch die Reflexion der Lichtquanten an der Aluminiumschicht wird ebenfalls eine Erhöhung der Lichtausbeute erzielt [5]. Als Lichtleiter wurde poliertes Plexiglas mit einer 92%-igen Transmission bei 440 nm Wellenlänge verwendet, das an die Geometrie des Spektrometers und des Hitachi S4000 angepaßt wurde (siehe Abbildung 3.9). Der verwendete Photomultiplier (PM) Hamamatsu R268 hat eine maximale Signalausbeute bei 420 nm, wodurch er optimal an die Wellenlänge des Szintillators angepaßt ist. Durch ein besonders niedriges Grundrauschen ist dieser PM insbesondere auch zur Einzelphotonenzählung geeignet [27].

Die elektronische Weiterverarbeitung des Photomultiplier-Ausgangssignals bei der Anodenstrommessung geschieht mit einer Verstärkerschaltung nach Schindler [79], die durch variable Verstärkung und Tiefpaßfilterung sowohl die Aufnahme von Abbildungen als auch von Spektren ermöglicht. Außerdem besteht die Möglichkeit mittels Einzelpulszählung Spektren aufzuzeichnen, wobei ein Pulszählsystem der Firma EMI verwendet wird.

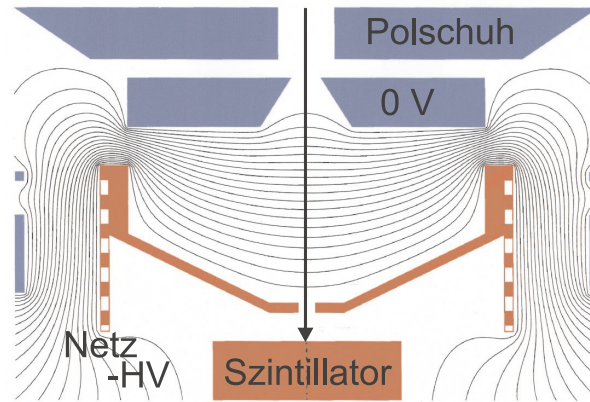


Abbildung 3.1: Aufbau der elektrostatischen Immersionslinse zur kontinuierlichen Variation der Primärenergie.

### 3.1.1 Anodenstrommessung

Zur Überprüfung der Linearität der gesamten Verstärkerkette bei der Anodenstrommessung am Photomultiplier wurde die Abhängigkeit des Ausgangssignals von verschiedenen Parametern untersucht. Um den Zusammenhang zwischen der Energie der auf den Szintillator treffenden Elektronen und der Signalhöhe zu messen, wurde ein spezieller Aufbau nach Abbildung 3.1 entwickelt. Dabei wird die Energie des Primärelektronenstrahls mit Hilfe einer elektrostatischen Immersionslinse nach Hejna [30] variiert und der Strahl auf den senkrecht zum Strahl angebrachten Szintillator gerichtet. Das entstehende Lichtsignal des Szintillators wird mit Hilfe eines flexiblen Lichtleiters zum Photomultiplier geführt, der sich außerhalb des SEM befindet. Dabei wird sowohl an der konusförmigen Elektrode als auch an der Aluminiumoberfläche des Szintillators, die gegen das restliche SEM isoliert sind, mit Hilfe des Hochspannungsnetzgerätes ein negatives Potential zwischen  $0 \leq V \leq 10$  kV angelegt. Dadurch werden die Primärelektronen auf eine Energie  $E_1 = E_0 - V$  abgebremst, wodurch die Primärenergie kontinuierlich zwischen  $E_0$  und  $E_0 - 10$  kV variiert werden kann. Durch diesen Aufbau ist der Raum über dem Szintillator feldfrei, und die Höhe des Strahlstroms bleibt außer bei  $E_1 = 0$  keV konstant [29]. Damit möglichst wenig Strahlschäden auftreten und der Einfluß des Aperturwinkels vernachlässigbar ist, wird der Strahl während der Messung stark defokussiert und mit TV-Frequenz über eine größere Fläche des Szintillators gerastert. Die Primärenergie wird in 5 kV Schritten verändert, wodurch sich überlappende Kennlinien



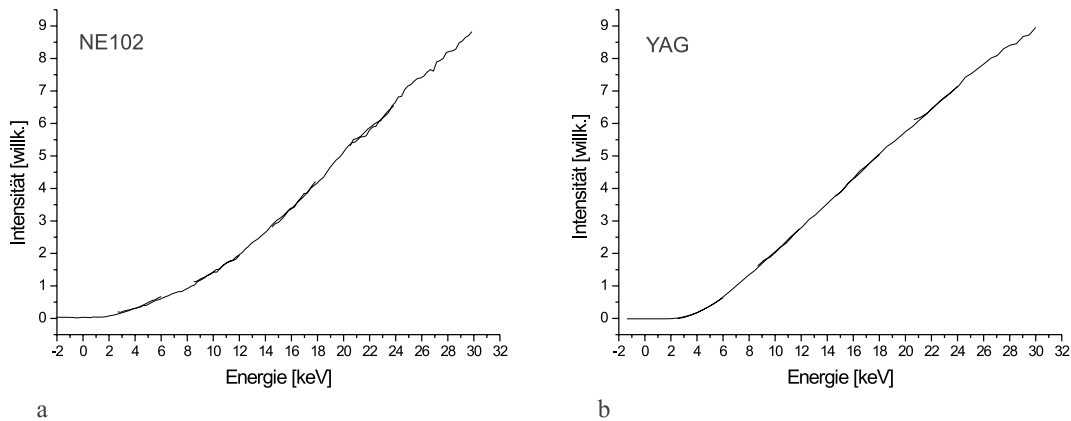


Abbildung 3.2: Abhängigkeit des a) NE102 und b) YAG Szintillatorsignals von der Elektronenenergie bei der Anodenstrommessung.

ergeben. In Abbildung 3.2 a) ist ein weitgehend linearer Zusammenhang zwischen der Energie der Elektronen und der Signalhöhe des Detektorsystems für einen mit ca. 20 mm Aluminium bedampften NE102 Szintillator zu erkennen. Zum Vergleich wurde ebenfalls ein mit 100 nm Aluminium bedampfter YAG-Szintillator getestet (Abbildung 3.2 b)) der ebenfalls eine lineare Abhängigkeit zeigt. Darüber hinaus ist eine vom Material abhängige Schwellenenergie  $E_{Th}$  zu erkennen, die meist linear extrapoliert bestimmt wird. Diese beträgt 6.9 kV beim NE102 und 4.0 kV beim YAG-Szintillator. Die Spannung am Photomultiplier ist konstant 830 V und der Strahlstrom beträgt 5 nA. Aufgrund der Proportionalität des Signals zu  $E - E_{Th}$  sind mit Anodenstrommessung aufgezeichnete Spektren also mit  $1/(E - E_{Th})$  zu korrigieren. Die zweite Variable neben der Energie ist der Strom der einfallenden Elektronen. Zur Messung der Abhängigkeit wurde ein 30 kV Primärelektronenstrahl auf den senkrecht dazu angebrachten Szintillator gerichtet und der Strahlstrom mit Hilfe der verschiedenen Aperturblenden und unterschiedlichen Anregungen der Kondensorenlinen variiert. Die Höhe des Strahlstroms wurde mit Hilfe eines Faraday-Behlers und eines Elektrometers der Firma Keithley Instruments bestimmt. Die Photomultiplier-Spannung betrug 700 Volt. Abbildung 3.3 zeigt den erwarteten linearen Zusammenhang zwischen der Signalhöhe und der Strahlstromstärke. Da das Signal bei kleineren Primärenergien geringer wird, ist für alle Energien im SEM die Linearität der Verstärkerkette bei der Anodenstrommessung gewährleistet. Untersuchungen von langsamen Elektronen sind mit dieser Verstärkerkette jedoch aufgrund der

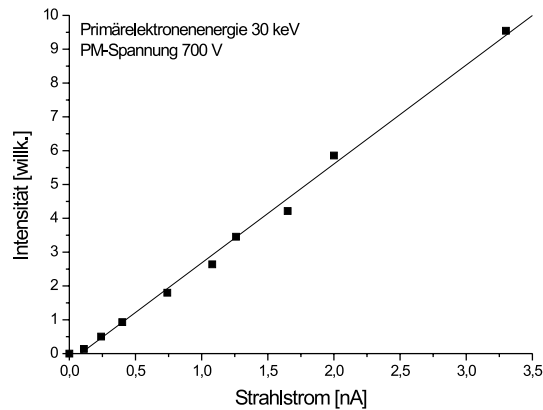


Abbildung 3.3: Abhängigkeit des NE102 Szintillatorsignals von der Strahlstromstärke bei der Anodenstrommessung.

Schwellenenergie prinzipiell nicht möglich.

### 3.1.2 Einzelpulszählung

Ist die Zahl der auf den Szintillator treffenden Elektronen klein, besteht das Anodensignal aus einzelnen Strompulsen, die mit einem Zähler registriert werden können. Spektren, die mit einem solchen Pulszählsystem aufgenommen werden, weisen theoretisch ein geringeres Rauschen auf als die Messung des in diesem Falle kleinen Anodenstroms [74]. Der Aufbau eines solchen Pulszählsystems ist der Anodenstrommessung in Kapitel 3.1.1 ähnlich, jedoch folgt der Szintillator-Photomultiplier-Kombination eine Zähl elektronik. Diese besteht aus einem Amplifier-Discriminator C-609 der Firma EMI, der die Pulse verstärkt und, falls die Amplitude oberhalb einer Diskriminatorschwelle liegt, in TTL-Pulse umwandelt. Dadurch werden Rauschen und Dunkelströme unterdrückt. Anschließend werden die TTL-Signale in einer C-660 Counter Timer Board PC-Steckkarte mit Hilfe entsprechender Software gezählt.

Zur Optimierung des Signal-zu-Untergrund Verhältnisses (SUV) wurde zuerst die beste Kombination von Photomultiplier-Spannung und Diskriminatorschwelle, die sich stufenlos von 1.0–2.5 mV einstellen läßt, bestimmt. Damit Schwankungen in der Photomultiplier-Spannung keinen Einfluß auf die Qualität des Signals haben, sollte

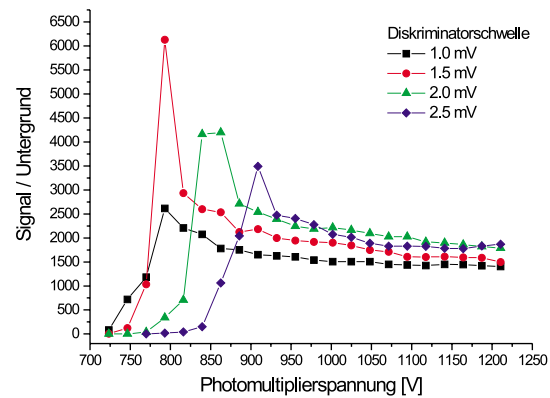


Abbildung 3.4: Abhängigkeit des Signal-zu-Untergrund Verhältnisses von der Photomultiplier-Spannung bei der Einzelpulszählung.

das SUV konstant sein. Dazu wurde einerseits das Untergrundsignal ohne Elektronenbeschuss in Abhängigkeit von der PM-Spannung bei vier Einstellungen der Diskriminatorschwelle bestimmt. Der PM befand sich zur Minimierung des Rauschens seit mehreren Tagen in der Dunkelheit des SEM. Anschließend wurde bei konstantem Strahlstrom das Signal bei den gleichen PM-Spannungen und Schwellen gemessen. Daraus kann nun die optimale Schwelle und die dazugehörige Spannung bestimmt werden [94]. Das gemessene Signal-zu-Untergrund Verhältnis ist in Abbildung 3.4 aufgetragen. Eine Photomultiplier-Spannung von mehr als 1050 V bei einer Diskriminatorschwelle von 2.5 mV zeigt ein stabiles Plateau. Daher wurde bei allen folgenden Messungen<sup>1</sup> eine Photomultiplier-Spannung von 1050 V verwendet.

Zur Überprüfung der Linearität der Verstärkerkette wurde die Zahl der gemessenen Pulse in Abhängigkeit vom Strom der einfallenden Elektronen bei 20 keV Primärenergie bestimmt. Abbildung 3.5 zeigt eine lineare Zählung der Elektronen bis zu einem Strom von ca. 10 pA. Ist der Strom höher, beginnen die Pulse zu überlappen, wodurch sie nicht mehr getrennt gezählt werden können. Die Einzelpulszählung ist also nur für sehr geringe Elektronenströme geeignet.

Fallen Elektronen unterschiedlicher Energie auf den Szintillator, sollte in erster Näherung die Elektronenenergie nur die Höhe der Pulse, nicht aber die Zahl der Pulse verändern. Also sollte die Zahl der Counts pro Sekunde unabhängig von der Ener-

<sup>1</sup>auch bei Anodenstrommessungen

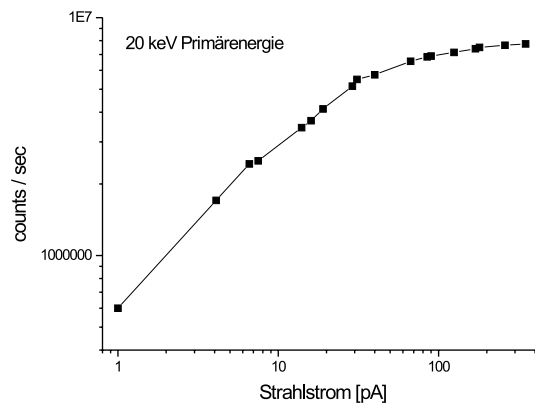


Abbildung 3.5: Abhängigkeit der Zählrate vom Strom der Elektronen.

gie der einfallenden Elektronen sein. Dies wäre ein großer Vorteil, da aufgezeichnete Spektren nicht mehr mit  $1/(E - E_{Th})$  korrigiert werden müssten. Diese Abhängigkeit der Pulszählung von der Energie wurde ebenfalls wie in Kapitel 3.1.1 mittels der elektrostatischen Immersionslinse überprüft. Überraschenderweise zeigt die Messung in Abbildung 3.6 bei den untersuchten YAG und NE102 Szintillatoren bis zur Energie von 30 keV ebenfalls eine Proportionalität der Counts pro Sekunde zur Energie  $E - E_{Th}$ . Aufgrund dieses Ergebnisses wurden Kontrollmessungen mit Hilfe eines 590A Timing Single-Channel Analyzer und eines dazugehörigen 142A Preamplifier der Firma Ortec durchgeführt, was zu identischen Ergebnissen führte.

Der Amplifier-Discriminator C-609 ermöglicht ebenfalls eine zur Pulszählung gleichzeitige analoge Anodenstrommessung [73]. Somit konnte zur weiteren Klärung die Höhe des Anodenstroms pro Count pro Sekunde bei den unterschiedlichen Elektrodenenergien bestimmt werden. Dies entspricht der Messung der Zahl der Elektronen *an der Anode* pro Puls. Bei einer Energieunabhängigkeit der Einzelelektronenzählung müsste der Graph eine Ursprungsgerade sein, da der Strom an der Anode zur Energie der Primärelektronen nach Kapitel 3.1.1 proportional ist, und somit auch die Zahl der Elektronen pro Puls zur Energie der Primärelektronen proportional wäre. Ist jedoch die Zahl der Elektronen pro Count unabhängig von der Energie, steigt die Zahl der Counts proportional zur Energie. Bei einer reinen Energieabhängigkeit der Einzelelektronenzählung müsste also das Verhältnis entsprechend konstant sein. Da dieses, wie Abbildung 3.7 zeigt, bei beiden Szintillatoren annähernd erfüllt ist,

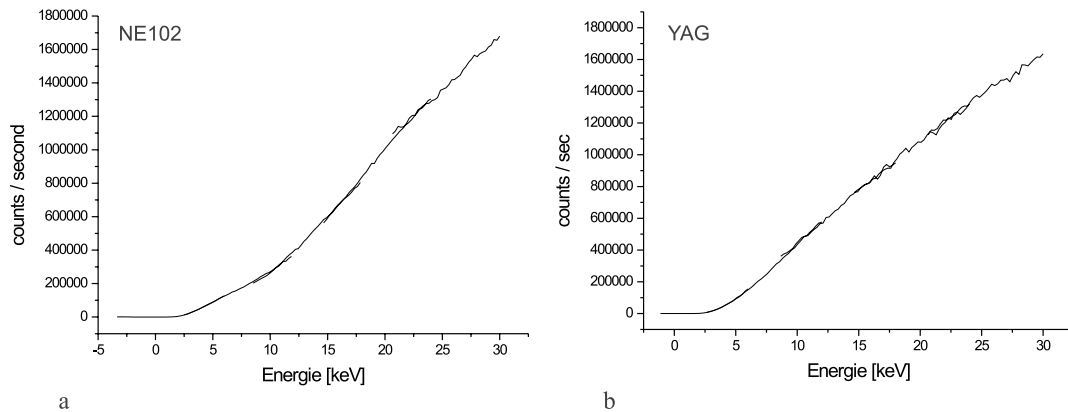


Abbildung 3.6: Abhängigkeit der Zählrate von der Elektronenenergie beim a) NE102 und b) YAG Szintillator bei der Einzelpulszählung.

muß davon ausgegangen werden, daß eine Einzelpulszählung mit NE102 und YAG-Szintillatoren in einem Energiebereich bis 30 keV wie die Anodenstrommessung proportional zur Energie der einfallenden Elektronen ist. Daher müssen auch die mit der Pulszählung aufgezeichneten Spektren mit  $1/(E - E_{Th})$  korrigiert werden. Allerdings ist die Zählung empfindlich für Strahlströme in der Größenordnung von fA. Da das vom Szintillator emittierte Licht eine weitere Variable bei der Pulszählung darstellt, wurde eine Kathodolumineszenz-Untersuchung der Szintillatoren gemacht [51]. Abbildung 3.8 a) zeigt das optische Spektrum des NE102 für verschiedene Elektronenenergien. Sowohl die Höhe der Peaks als auch die integralen Signale sind wie erwartet proportional zu Energie. Die Abbildung 3.8 b) zeigt dasselbe Ergebnis für den YAG-Szintillator. Dies bedeutet, daß die Intensität des Lichts in der Verstärkerkette zur Elektronenenergie proportional ist. Die Verstärkung des Photomultipliers hängt jedoch auch von der Wellenlänge des einfallenden Lichtes ab. Daher könnte eine Änderung der Peak-Wellenlänge des vom Szintillator emittierten Lichtes mit der Energie des detektierten Elektrons ein möglicher Grund für die Energieabhängigkeit der Pulszählung sein. Jedoch ist die Position der Peaks im Spektrum des NE102 konstant bei 442 nm (Herstellerangabe 420 nm) beziehungsweise bei 563 nm beim YAG (Herstellerangabe 560 nm).

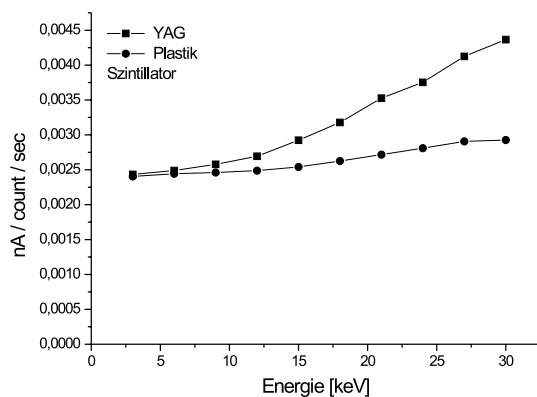


Abbildung 3.7: Abhängigkeit des Anodenstroms pro Zählrate von der Elektronenenergie beim NE102 und YAG Szintillator.

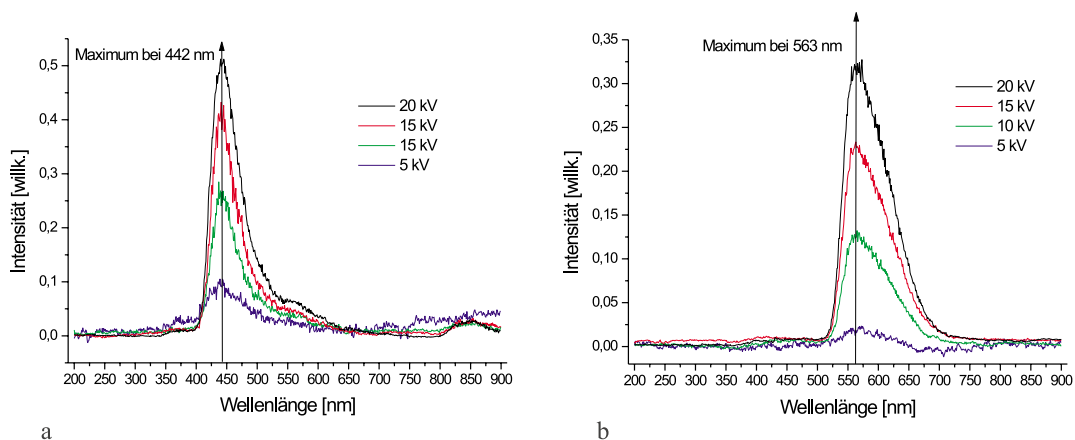


Abbildung 3.8: Kathodolumineszenzspektren des NE102 und YAG Szintillators bei 5, 10, 15 und 20 keV Primärenergie.

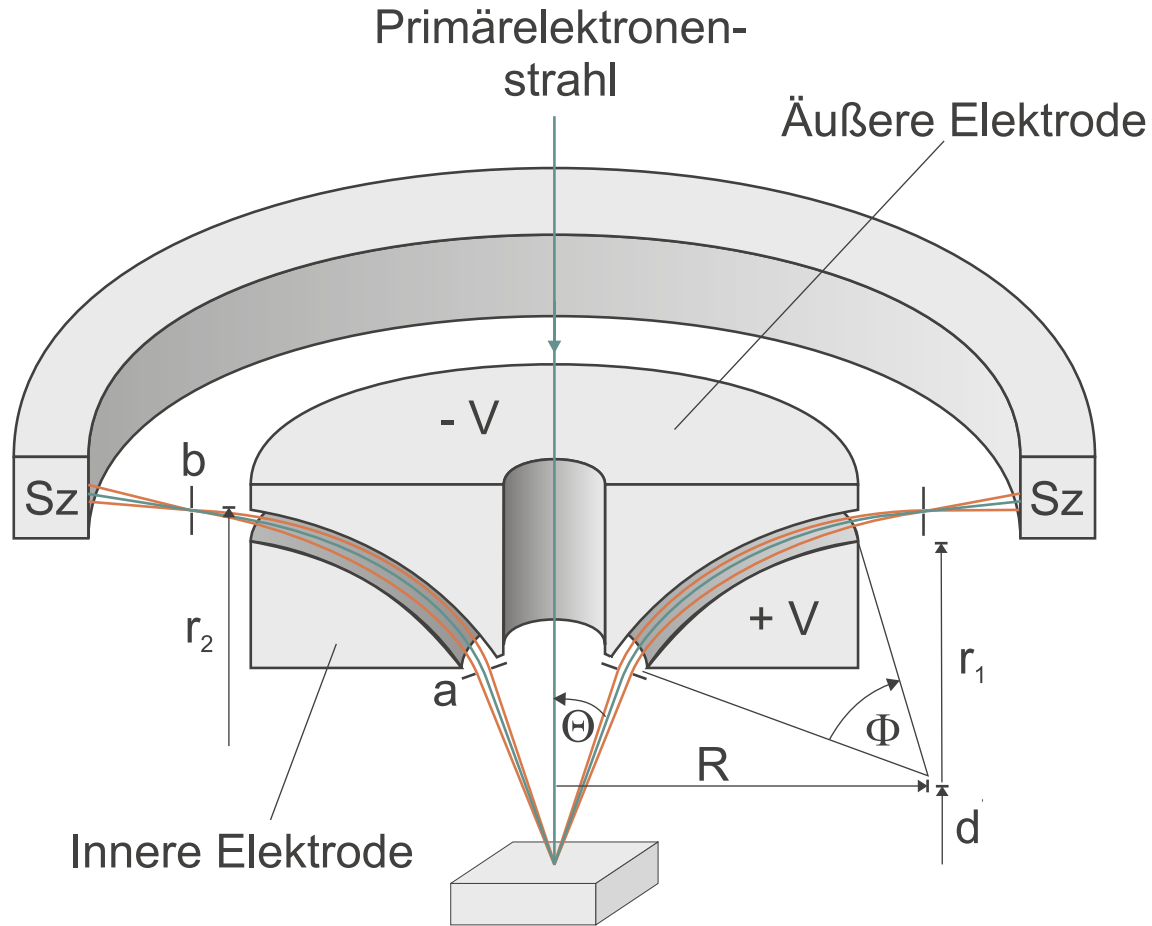


Abbildung 3.9: Aufbau des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers.

### 3.2 Geometrische Eigenschaften des Spektrometers

Die Aufnahme energiegefilterter BSE-Abbildungen im Rasterelektronenmikroskop setzt ein Signal-zu-Rausch Verhältnis von 3–5 voraus. Das erfordert eine große Raumwinkelakzeptanz des Spektrometers. Um einen möglichst großen Raumwinkelbereich abzudecken, wurde die spezielle Form eines Torusschnittes gewählt, der axialsymmetrisch zur elektronenoptischen Achse des SEM ist und zentral unter dem Polschuh angebracht wird. Abbildung 3.9 zeigt den schematischen Aufbau des Spektrometers. Dabei ist  $R$  der Zylinderradius,  $r_{1,2}$  der sphärische Radius der beiden Elektroden,  $\Theta$  der Spektrometereintrittswinkel,  $\Phi$  der Sektorwinkel und  $a$  und  $b$  sind die Öffnungsbreiten der Ringblenden. Die Sollbahn des Elektrons ist  $r_0 = (r_1 + r_2)/2$ . Der direkte Abstand zwischen dem Austrittspunkt des Spektrome-

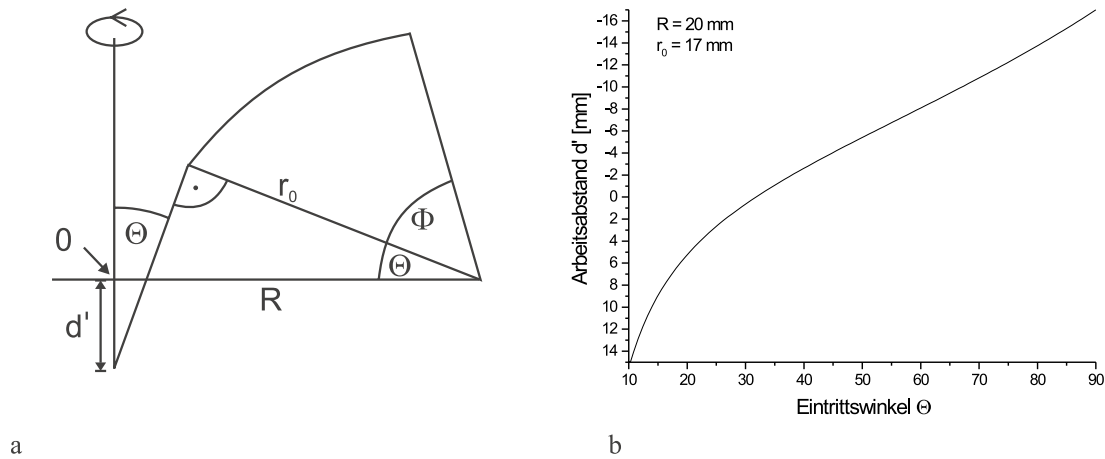


Abbildung 3.10: a) Schematische Darstellung der Geometrie unterhalb des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers und b) Arbeitsabstand  $d'$  bezogen auf den Mittelpunkt des Torus in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$ .

ters und dem Fokus auf der Sollbahn wird mit  $q$  bezeichnet, der Abstand zwischen der elektronenoptischen Achse und dem Fokus ist  $\rho$ . Das zu untersuchende Objekt ist senkrecht zum einfallenden Primärelektronenstrahl angeordnet. So wird ein größtmöglicher symmetrischer Strom rückgestreuter Elektronen aus einem hohlkegelförmigen Raumwinkelbereich detektiert, wodurch das Signal-zu-Rausch Verhältnis der BSE aus einem gegebenen schmalen Energiefenster des Spektrums gegenüber anderen Spektrometertypen wesentlich verbessert wurde. Darüber hinaus ist eine Detektion der energiegefilterten BSE hinter dem Spektrometer und somit außerhalb des Strahlengangs und zylindersymmetrisch zur elektronenoptischen Achse möglich. Dies sind die grundlegenden Vorteile dieser Geometrie gegenüber den konventionellen Ablenkefeld-Spektrometertypen.

Nach Kapitel 2.4 sollte zur Abbildung von Tiefeninformationen aus möglichst allen Tiefen des Objektes ein möglichst kleiner Austrittswinkel  $\zeta$  der BSE gewählt werden. Der Austrittswinkel  $\zeta$  entspricht dabei dem Spektrometereintrittswinkel  $\Theta$ . Aus bautechnischen Gründen ist jedoch eine Detektion unter einem Winkel größer null notwendig (siehe Abbildung 3.9). Daher wird die Abhängigkeit der wichtigsten geometrischen Parameter des Spektrometers vom Eintrittswinkel  $\Theta$  überprüft. Der Zylinderradius beträgt  $R = 20 \text{ mm}$ , der sphärische Radius ist  $r_0 = 17 \text{ mm}$ . Diese Werte werden in Kapitel 3.3 mittels elektronenoptischen Simulationen ermittelt. Als



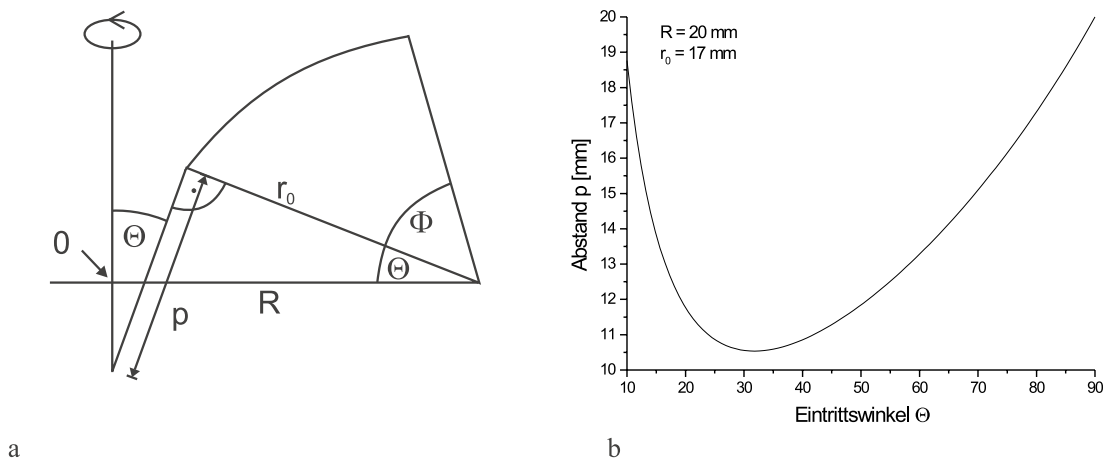


Abbildung 3.11: a) Schematische Darstellung der Geometrie unterhalb des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers und b) Abstand zwischen Objekt und Eintrittsebene  $p$  in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$ .

erstes soll der Arbeitsabstand  $d$  in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$  bestimmt werden. Es ist zu beachten, daß der Strahlengang der in das Spektrometer fallenden Elektronen immer senkrecht auf der Eintrittsfläche steht. Dadurch ist der Arbeitsabstand unterhalb des Spektrometers bezogen auf den Mittelpunkt des Torus nach Abbildung 3.10 a)

$$d' = \frac{R - \frac{r_0}{\cos \Theta}}{\tan \Theta} = \frac{R \cos \Theta - r_0}{\sin \Theta}. \quad (3.1)$$

In Abbildung 3.10 b) ist  $d'(\Theta)$  abgebildet. Da sich der Arbeitsabstand  $d'$  auf den Mittelpunkt des Torus bezieht, ergibt sich der gesamte Arbeitsabstand  $d$  im SEM aus der Summe von  $d'$  und der Bauhöhe des Spektrometers. Da das Auflösungsvermögen eines Rasterelektronenmikroskopes mit zunehmendem Arbeitsabstand abnimmt, sollte die Höhe des Spektrometers möglichst gering sein. Dadurch wird die Öffnungsfehlerkonstante  $c_s$  und der Einfluß von elektromagnetischen Streufeldern auf den Primärelektronenstrahl minimiert (siehe auch Kapitel 3.7). Für  $\Theta \rightarrow 0^\circ$  geht  $d' \rightarrow \infty$ . Befindet sich die Probe im Mittelpunkt des Torus, ist  $\Theta = 31.8^\circ$ . Für größere Winkel wird der Arbeitsabstand negativ, was bedeutet, daß sich die Probe innerhalb des Spektrometers befindet. Dies wäre jedoch eine feinmechanische Herausforderung und würde nur Proben begrenzter Größe zulassen.

Der direkte Abstand  $p$  zwischen der Eintrittsebene und dem Objekt ist nach Ab-

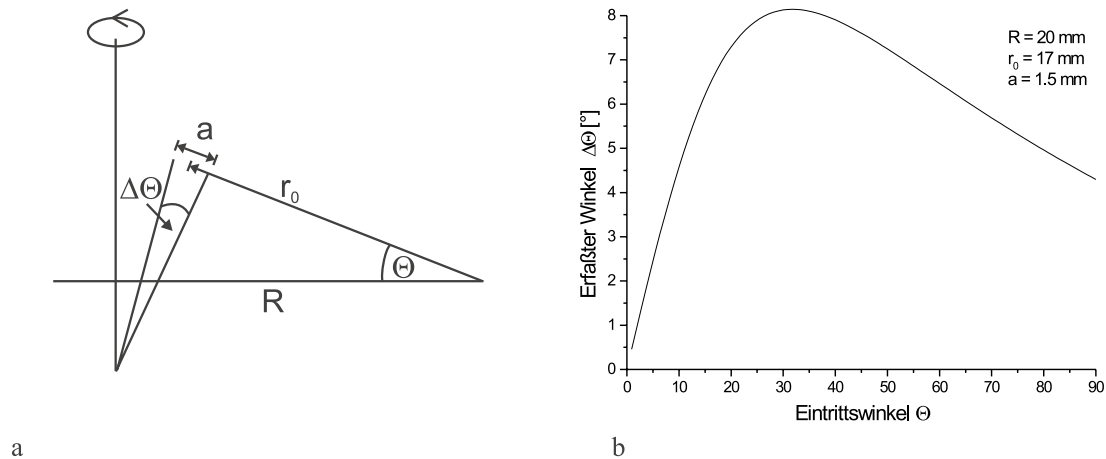


Abbildung 3.12: a) Schematische Darstellung der Geometrie unterhalb des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers und b) erfaßter Winkel  $\Delta\Theta$  in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$ .

bildung 3.11 a)

$$p = \frac{R - \frac{r_0}{\cos \Theta}}{\sin \Theta} + r_0 \tan \Theta = \frac{R - r_0 \cos \Theta}{\sin \Theta}. \quad (3.2)$$

Diese Funktion ist in Abbildung 3.11 b) aufgetragen. Man erkennt, daß bei  $\Theta = 31,8^\circ$  der Abstand minimal ist. Für  $\Theta \rightarrow 0^\circ$  wird  $p$  ebenfalls unendlich. Bei  $\Theta = 90^\circ$  beträgt  $p$  natürlich 20 mm.

Aufgrund der Abhängigkeit des Abstandes  $p$  vom Eintrittswinkel ist auch der erfaßte Winkel  $\Delta\Theta$  (siehe Abbildung 3.12 a)) nach

$$\Delta\Theta = 2 \cdot \arctan \frac{a}{2 \cdot p(\Theta)} \quad (3.3)$$

von  $\Theta$  abhängig. Man erkennt in Abbildung 3.12 b), daß  $\Delta\Theta$  entsprechend Gleichung (3.2) wiederum bei  $31,8^\circ$  sein Maximum besitzt. Da der Abstand der Elektroden voneinander 2 mm betragen soll, wurde eine maximale Blendenöffnung von  $a = 1,5$  mm angenommen.

Aufgrund der kugelsymmetrischen Detektion des Spektrometers beträgt der Anteil der Spektrometereintrittsfläche an der gesamten Halbkugeloberfläche nach Abbildung 3.13 a)

$$\Delta F = [\cos(\Theta - \Delta\Theta/2) - \cos(\Theta + \Delta\Theta/2)]. \quad (3.4)$$

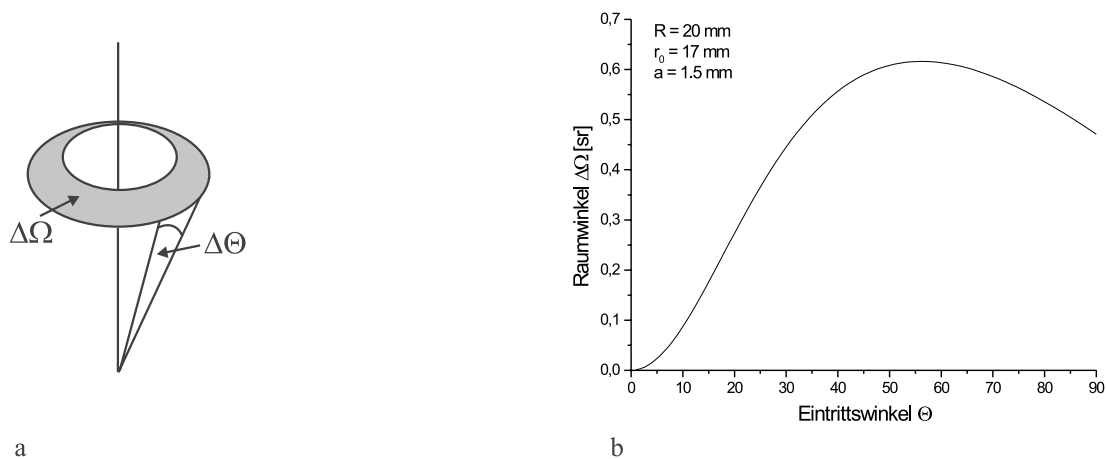


Abbildung 3.13: a) Schematische Darstellung der Detektionsfläche des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers und b) erfaßter Raumwinkel  $\Delta\Omega$  in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$ .

Somit ist der erfaßte Raumwinkel

$$\Delta\Omega = 2\pi \cdot [\cos(\Theta - \Delta\Theta/2) - \cos(\Theta + \Delta\Theta/2)]. \quad (3.5)$$

In Abbildung 3.13 b) erkennt man, daß  $\Delta\Omega$  bei  $\Theta = 56^\circ$  einen Maximalwert von 0.616 sr annimmt.

Berücksichtigt man zuletzt die Winkelverteilung der BSE, die durch eine Kosinusfunktion nach Gleichung (1.20) beschrieben werden kann, ist der Anteil der in das Spektrometer eintreffenden Elektronen

$$\frac{\Delta\eta}{\eta} = \sin^2(\Theta + \Delta\Theta/2) - \sin^2(\Theta - \Delta\Theta/2). \quad (3.6)$$

Die Geometrie ist in Abbildung 3.14 a) skizziert. Abbildung 3.14 b) zeigt  $\Delta\eta$  in Abhängigkeit von  $\Theta$ . Der maximale Anteil von 13,5% der BSE wird bei einem Spektrometerwinkel von  $\Theta = 40^\circ$  vom Spektrometer aufgenommen.

Die Gleichungen (3.1) und (3.6) bzw. Abbildungen 3.10 b) und 3.14 b) zeigen, daß die gewünschten geometrischen Eigenschaften des Experimentes, wie ein kurzer Arbeitsabstand und ein möglichst großer Anteil an detektierten Elektronen, den physikalischen Ansprüchen, nämlich einen möglichst kleinen Winkel  $\Theta$  zu realisieren, entgegenstehen. Aus baulichen Gründen muß der Winkel kleiner als  $30^\circ$  sein, da

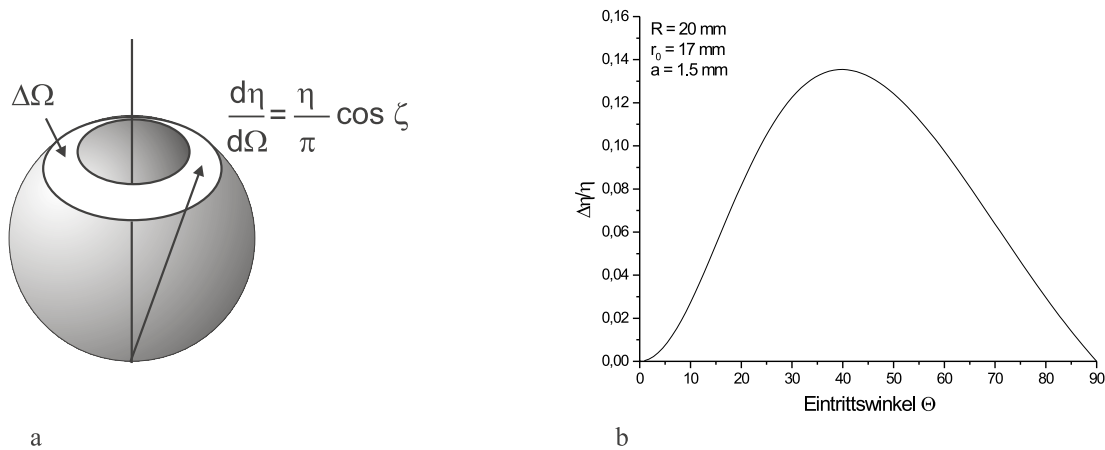


Abbildung 3.14: a) Schematische Darstellung Elektronenemission und der Detektionsfläche des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers und b) detektierbarer Anteil  $\Delta\eta/\eta$  der Elektronen in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel  $\Theta$ .

sich das Objekt ansonsten bei  $d' < 0$  innerhalb des Spektrometers befindet. Andererseits muß der Durchmesser des Kanals für die Primärelektronen auf der optischen Achse mindestens 4.0 mm betragen, da eine geerdete Metallhülse und eine Isolationschicht eingebracht wird (siehe Kapitel 3.1). Daher ist ein Winkel von  $\Theta > 15^\circ$  notwendig. Als Kompromiß wurde ein Spektrometereintrittswinkel von  $\Theta = 20^\circ$  gewählt. Somit ergeben sich aus den Gleichungen (3.1–3.6) folgende Werte für das Spektrometer

- Spektrometereintrittswinkel  $\Theta = 20^\circ$ ,
- erfaßter Winkelbereich  $\Delta\Theta = 7.3^\circ$ ,
- Arbeitsabstand  $d' = 5.25 \text{ mm}$ ,
- Abstand zwischen Eintrittsebene und Objekt  $p = 11.76 \text{ mm}$ ,
- erfaßter Raumwinkel  $\Delta\Omega = 0.274 \text{ sr}$ ,
- Anteil der einfallenden Elektronen  $\Delta\eta/\eta = 0.0816$

bei einem Zylinderradius von  $R = 20 \text{ mm}$ , einem sphärischen Radius von  $r_0 = 17 \text{ mm}$  und einer Eintrittsblende mit einer Breite von  $a = 1.5 \text{ mm}$ .

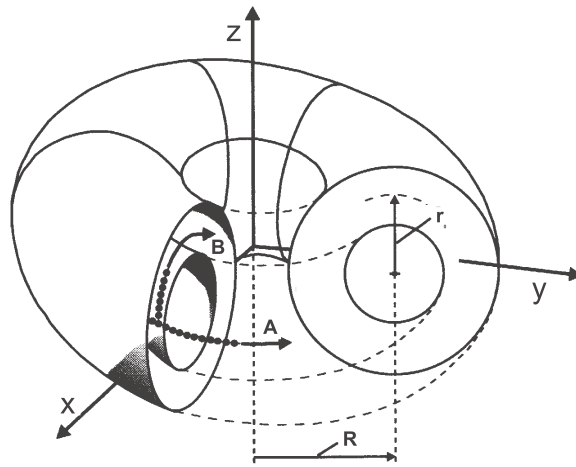


Abbildung 3.15: Darstellung von äquatorialen (A) und polaren (B) Elektronenbahnen in einem allgemeinen toroidalen, elektrostatischen Feld [44].

### 3.3 Elektronenoptische Eigenschaften des Spektrometers

Das Rau-Spektrometer ist ein toroidales Sektorfeld mit polaren Elektronenbahnen nach Abbildung 3.15. Führt man eine Größe  $c = R/r_0$  ein, ergeben sich mit  $c = 0$  ein Zylinderspektrometer, beziehungsweise mit  $c = \infty$  das Kugelspektrometer als Spezialfälle des Torus. Die Äquipotentiallinien innerhalb von sphärischen Sektorfeld- und Zylinder-Spektrometern liegen, wie in Abbildung 3.16 a) und b) zu sehen, auf konzentrischen Kreisen. Daher sind die elektronenoptischen Eigenschaften, wie die Elektronenbahnen und der Fokussierungswinkel analytisch zugänglich [35]. Die Äquipotentiallinien im polaren Schnitt durch die Mitte eines Torus sind **nicht** kreisförmig. Insbesondere in der Nähe der Symmetrieachse ist ihr Abstand, wie Abbildung 3.16 c) zeigt, untereinander nicht konstant [26, 31]. Daher ist der Fokus für verschiedene  $c = R/r_0$  und Spektrometereintrittswinkel  $\Theta$  unterschiedlich und eine analytische Behandlung der elektronenoptischen Eigenschaften nicht exakt möglich. Darüber hinaus ist der Startpunkt einer Elektronentrajektorie aufgrund des geometriebedingten Abstandes zwischen Objekt und Eintrittsebene nach Gleichung (3.2) weit außerhalb des Spektrometers.

In Kapitel 3.2 wurde der Eintrittswinkel  $\Theta = 20^\circ \pm 3.65^\circ$  festgelegt. Damit ist nach Gleichung (3.1) der Arbeitsabstand bestimmt, der den Fokuspunkt auf der Gegen-

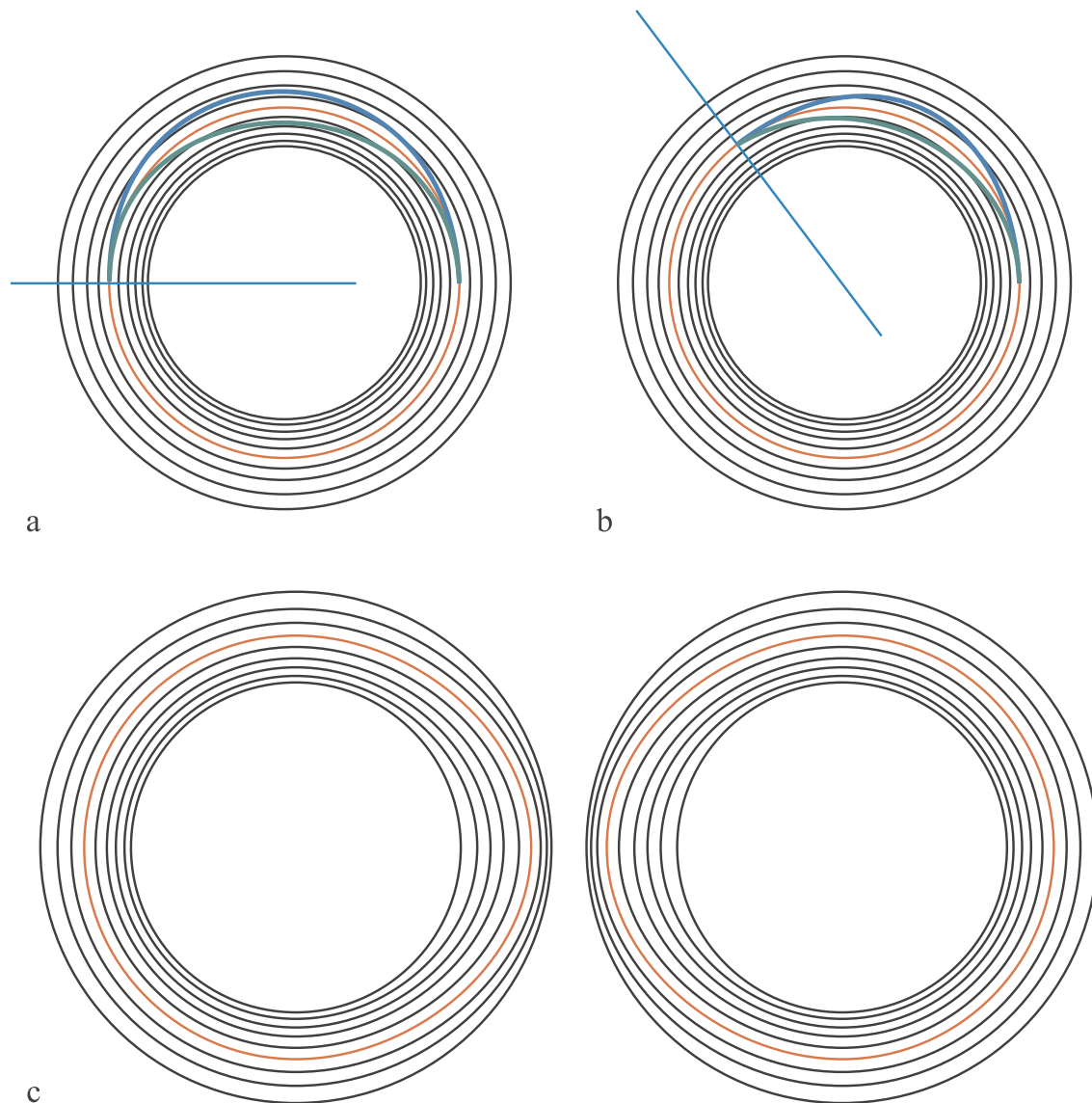


Abbildung 3.16: Homogene Äquipotentiallinien und Elektronenbahnen im polaren Schnitt durch die Mitte eines a) sphärischen- und eines b) Zylinder-Kondensators. c) Inhomogene Äquipotentiallinien im polaren Schnitt durch die Mitte eines Torus. Hergestellt mit dem Programm CPO 2D [62].

standsseite unterhalb des Spektrometers definiert. Nun sind die zur Fokussierung optimalen Werte der Parameter  $\Phi$ ,  $R$  und  $r_0 = (r_1 + r_2)/2$ , wobei der Abstand der Elektroden  $r_2 - r_1 = 2$  mm betragen soll, zu bestimmen. Dazu wurden mit Hilfe des Programmes **Charged Particle Optics 2D** von RB Consultants Ltd. die Potentialverteilung innerhalb des Torus und die daraus resultierenden Elektronentrajektorien simuliert.

Das Programm erlaubt eine freie zweidimensionale Konfiguration der Elektroden, die mit Hilfe einer Symmetrieachse dreidimensional erweitert werden, in unserem Fall rotationsymmetrisch um die  $z$ -Achse. Die Potentiale können ebenfalls frei gewählt werden. Die Elektroden werden durch das Programm in einzelne Segmente unterteilt. Durch Lösen der Laplace-Gleichung werden die Ladungen auf jedem Segment bestimmt und die Elektrodensegmente durch die darauf liegenden Ladungen ersetzt (Surface Charge Method [28, 61]). Das ermöglicht nun die Bestimmung der Coulomb-Potentiale zwischen den Elektroden. Die Berechnung der Elektronenbahnen geschieht durch das Lösen der Bewegungsgleichung. Weiterführende Informationen über das Programm findet man bei Read und Bowring [62]. Das Programm ermöglicht ebenfalls die Berechnung von Äquipotentiallinien der Konfigurationen und deren grafische Darstellung. Die Abbildungen 3.16 a)–c) zeigen die Potentialverläufe eines Kugel-, Zylinder- und Torus-Kondensators.

Durch iteratives Ändern der Ablenkpotentiale  $V_1$  und  $V_2$  besteht die Möglichkeit, die Sollbahntrajektorie für eine Sollbahnenergie  $E_{soll} = eV_{soll}$  unter einem Winkel  $\Theta$  mit dem Radius  $r_0$  zu realisieren. Die Position  $(z, \rho)$  eines Fokus wird durch die Bestimmung des Schnittpunktes von zwei Trajektorien mit den Einfallswinkeln  $\Theta \pm \Delta\Theta/2$  mit der Sollbahntrajektorie ermittelt. Alle anderen Trajektorien innerhalb von  $\Delta\Theta$  treffen unter Vernachlässigung der Abbildungsfehler den gleichen Fokus.

Als erstes wurde die Abhängigkeit der am Spektrometer zur Erzeugung der Sollbahn anliegenden Spannungen  $V_{1,2}$  von dem Verhältnis  $c = R/r_0$  untersucht. Dabei wurde  $R = 15, 20$  bzw.  $25$  mm angenommen und  $r_0$  variiert. Der Eintrittswinkel ist  $\Theta = 20^\circ$ ,  $\Delta\Theta(R, r_0)$  wird mittels Gleichung (3.3) bestimmt, und der Sektorwinkel ist  $\Phi = 70^\circ$ . Die Potentiale  $V_{1,2}$  wurden für eine Sollbahnenergie  $E_{soll} = 10$  keV iterativ bestimmt. Wie bei allen elektrostatischen Sektorfeld-Spektrometern ist auch hier die Ablenkfeld-Spannung zur Sollbahnenergie proportional. Daher genügt bei allen Simulationen die Verwendung von nur einer Primärenergie. Da bis auf wenige Volt  $V_1 \approx -V_2$  ist, wurde in Abbildung 3.17 a) die Gesamtspannung  $V_1 + (-V_2) = V_{Spek}$  gegen  $R/r_0$  aufgetragen. Man erkennt eine lineare Abhängigkeit der Spannung von

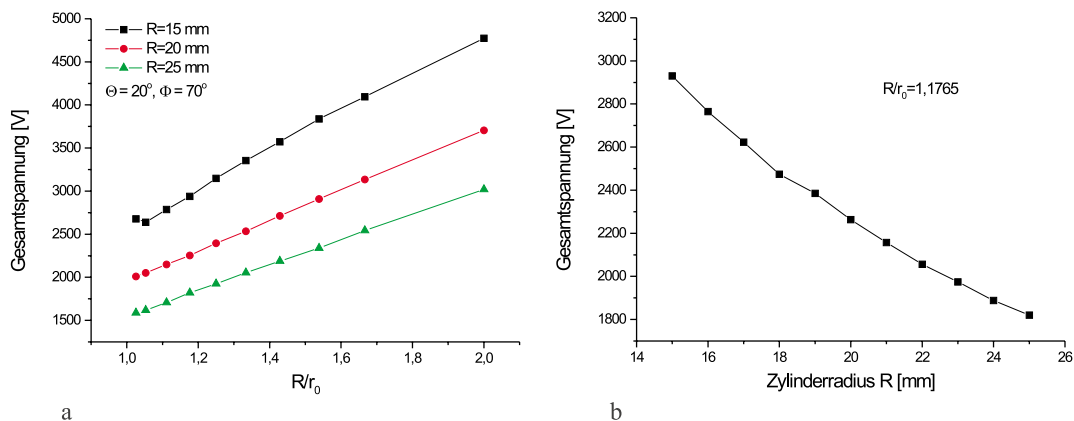


Abbildung 3.17: a) Potential  $V$  in Abhängigkeit von  $c = R/r_0$  und b)  $V$  in Abhängigkeit vom Zylinderradius  $R$  zur Erzeugung der Sollbahn bei einem festen Verhältnis von  $c = 1.1765$ .

*c.* Je kleiner das Verhältnis von  $R$  zu  $r_0$  ist, desto geringer ist das anzulegende Potential, was experimentell wünschenswert ist. Da jedoch auf der elektronenoptischen Achse Platz für ein Durchlaßrohr für den abgeschirmten Primärelektronenstrahl bleiben muß, ist ein  $c < 1.15$  baulich nicht möglich.

Um im Umkehrschluß die optimalen Werte für  $R$  und  $r_0$  zu finden, wurden die Potentiale  $V_{1,2}$  zur Erzeugung der Sollbahn bei einem festen Verhältnis von  $c = 1.1765$  in Abhängigkeit vom Zylinderradius  $R$  bestimmt und in Abbildung 3.17 b) aufgetragen. Die Werte von  $\Theta$ ,  $\Delta\Theta$  und  $\Phi$  sind die gleichen wie in Abbildung 3.17 a). Es ist zu erkennen, daß ein möglichst großer Zylinderradius  $R$  zu einer kleinen anzulegenden Spannung  $V_{Spek}$  führt. Jedoch zeigen die Gleichungen (3.1) und (3.6), daß ein großer Radius  $R$  einen hohen Arbeitsabstand und einen geringeren Anteil der detektierten rückgestreuten Elektronen zur Folge hat. Darüber hinaus ist aufgrund des begrenzten Probenraumes auch die Größe des Spektrometers begrenzt.

Daher wurde als Kompromiß der Zylinderradius auf  $R = 20$  mm festgelegt, wodurch der sphärische Radius  $r_0$  aufgrund von  $c = 1.1765$  nun 17 mm beträgt. Aufgrund des Abstandes von 2 mm zwischen den Elektroden ist somit  $r_1 = 16$  mm und  $r_2 = 18$  mm. Das anzulegende Potential bei einer Sollbahnenergie von 10 keV ergibt sich aus Abbildung 3.17 a) zu  $V_{Spek} = 2256$  V. Das konstante Verhältnis von Sollbahnenergie



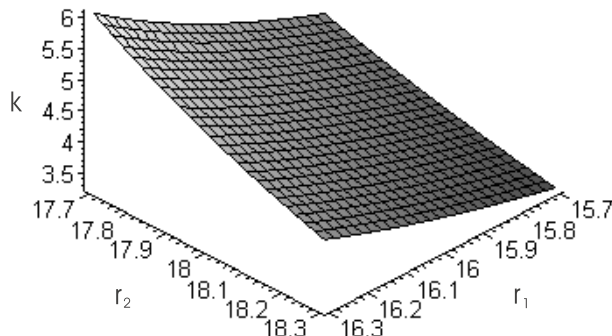


Abbildung 3.18: Abhängigkeit der Spektrometerkonstanten  $k$  von  $r_1$  und  $r_2$ .

zur Spektrometerspannung wird auch als Spektrometerkonstante

$$k = \frac{E_{Soll}}{eV_{Spek}} = \frac{V_{Soll}}{V_{Spek}} \quad (3.7)$$

bezeichnet und ist in der Simulation  $k = 4.43$ .

Toffoletto [86] bestimmte mittels der Näherung, daß im polaren Schnitt durch die Mitte eines Torus konzentrische, kreisförmige Äquipotentiallinien vorliegen, die nicht vom Spektrometerwinkel  $\Phi$  abhängen, theoretisch die an die Elektroden anzulegenden Spannungen für eine Sollbahnenergie  $eV_{Soll}$  der Elektronen zu

$$V_{1,2} = \frac{2V_{Soll}}{\pi R} (\pi R + 2r_0) \left[ \ln \frac{r_0(\pi R + 2r_{1,2})}{r_{1,2}(\pi R + 2r_0)} \right]. \quad (3.8)$$

Damit kann die Spektrometerkonstante nach Gleichung (3.7) durch

$$k = \frac{\pi R}{2(\pi R + 2r_0)} \left[ \ln \frac{r_2(\pi R + 2r_1)}{r_1(\pi R + 2r_2)} \right]^{-1} \quad (3.9)$$

bestimmt werden. Mit den in der Simulation verwendeten Parametern ergibt sich die Gesamtspannung zu  $V_{Spek} = 2356.9$  V. Die Spektrometerkonstante ist damit  $k = 4.24$ . Diese Werte weichen nur 4.4% von der Simulation ab. In Abbildung 3.18 ist die starke Abhängigkeit der Spektrometerkonstanten nach Gleichung (3.9) von  $r_1$  und  $r_2$  aufgetragen. Man erkennt, daß bei einer Verringerung des Abstandes zwischen den Elektroden von nur 0.6 mm die Spektrometerkonstante auf  $k = 6.06$  ansteigt,

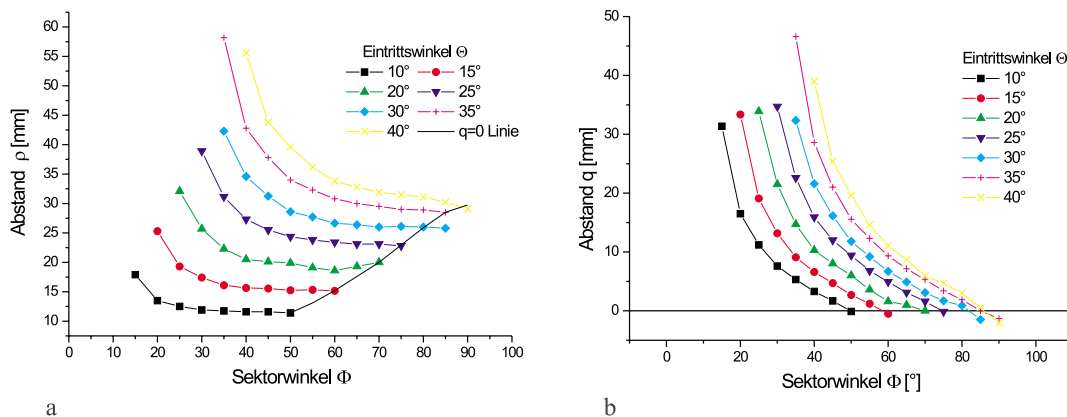


Abbildung 3.19: Abstand a)  $\rho$  und b)  $q$  in Abhängigkeit vom Sektorwinkel  $\Phi$  bei verschiedenen Eintrittswinkeln  $\Theta$ .

beziehungsweise bei einer Erhöhung des Abstandes um nur 0.6 mm auf  $k = 3.26$  abfällt. Der von Toffoletto zur Fokussierung bestimmte Sektorwinkel  $\Phi$  liegt aufgrund der gemachten Näherungen je nach  $c$  zwischen  $127^\circ$  und  $180^\circ$ , den Sektorwinkeln von Zylinder- bzw. Kugelspektrometer. Dieses kann jedoch im folgenden nicht bestätigt werden.

Der direkte Abstand zwischen der Austrittsebene des Spektrometers und dem Fokus auf der Sollbahn wird mit  $q$  bezeichnet, der Abstand zwischen der elektronenoptischen Achse und dem Fokus ist  $\rho$  (siehe Abbildung 3.20 a)). Zur Bestimmung eines optimalen Sektorwinkels  $\Phi$  wurde dieser Abstand  $\rho$  für verschiedene Eintritts- und Sektorwinkel bestimmt. In Abbildung 3.19 a) erkennt man, daß  $\rho$  bei einem festen Eintrittswinkel vom Sektorwinkel  $\Phi$  abhängig ist, jedoch für einen Sektorwinkelbereich  $\Phi_{max} > \Phi > \Phi_{max} - 20^\circ$  annähernd konstant bleibt. Dabei ist  $\Phi_{max}$  der Sektorwinkel, bei dem sich der Fokus in der Austrittsebene befindet. Der direkte Abstand zwischen der Austrittsebene und dem Fokus  $q$  variiert daher mit dem Sektorwinkel bei verschiedenen Eintrittswinkeln, wie in Abbildung 3.19 b) zu erkennen ist. Abbildung 3.20 b) faßt den Zusammenhang zwischen Sektorwinkel  $\Phi$  und Eintrittswinkel  $\Theta$  für verschiedene Abstände  $q$  zusammen.

Der Fokus soll exakt auf die geerdete Blende des Spektrometers treffen. Die Blende muß jedoch aus baulichen Gründen und zum Schutz vor Überschlägen in einem 5.8 mm großen Abstand von den Elektroden justiert werden. Mit Abbildung 3.19 b) und 3.20 b) ergibt sich somit für  $\Theta = 20^\circ$  und  $q = 5.8$  mm ein optimaler Sektorwinkel

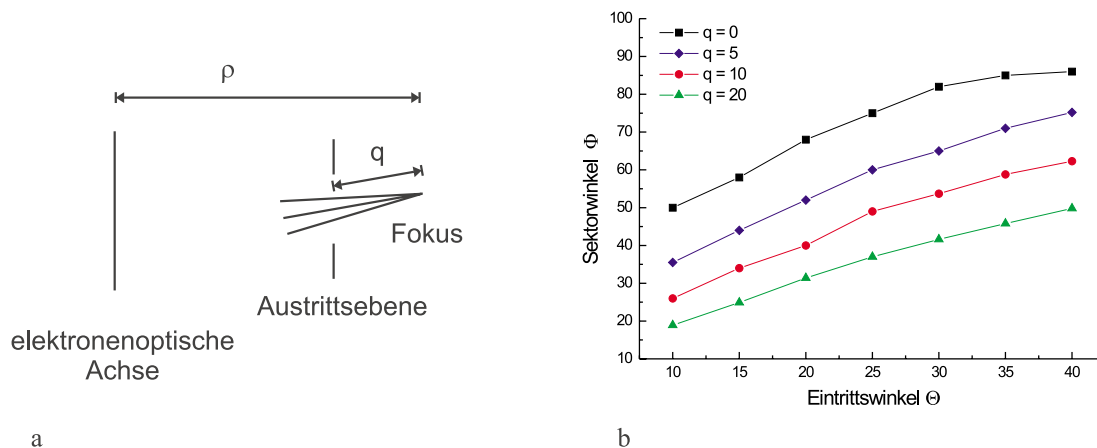


Abbildung 3.20: a) Schematische Darstellung von  $\rho$  und  $q$  und b) Sektorwinkel in Abhängigkeit vom Eintrittswinkel für verschiedene Abstände  $q$ .

von  $\Phi = 50^\circ$ . Dadurch ergeben sich die folgenden Werte für das Spektrometer

- Zylinderradius  $R = 20$  mm,
- sphärische Radien  $r_1 = 16$  mm und  $r_2 = 18$  mm,
- Spektrometereintrittswinkel  $\Theta = 20^\circ$ ,
- Sektorwinkel  $\Phi = 50^\circ$ ,
- Spektrometerkonstante  $k = 4.43$ ,
- $q = 5.8$  mm,
- $\rho = 19.9$  mm.

Zusammen mit den Werten in Kapitel 3.2 sind die Parameter des toroidalen Sektorfeld-Spektrometers somit vollständig bestimmt.

### 3.3.1 Experimentelle Überprüfung des Fokus

Die Position des Fokus hinter der Austrittsebene des Spektrometers wurde mit Hilfe des Aufbaus nach Abbildung 3.21 a) experimentell untersucht. Dabei wurde das

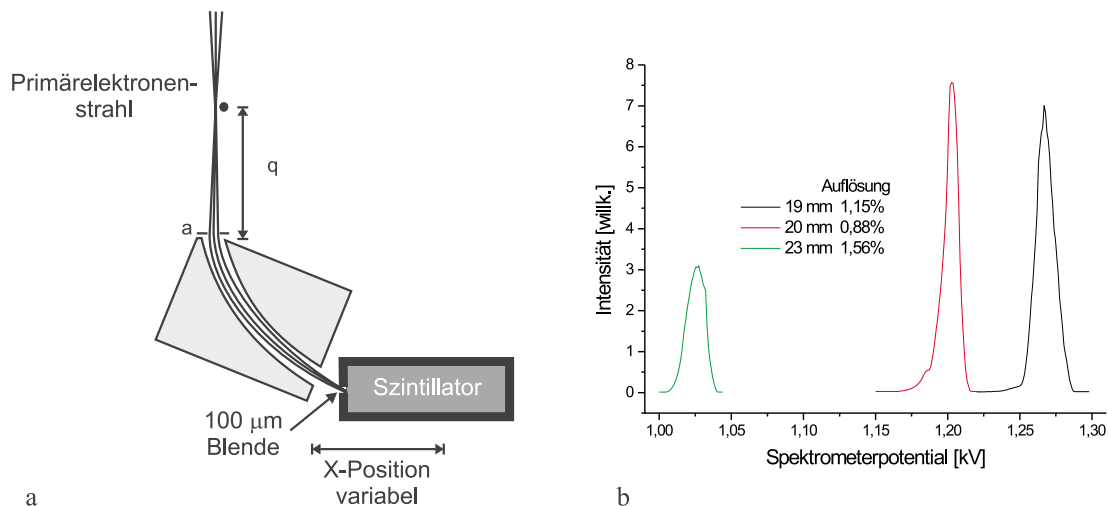


Abbildung 3.21: a) Meßaufbau zur Überprüfung des Fokus auf der Bildseite und b) Spektren des Primärelektronenstrahls bei verschiedenen Abständen der Austrittsblende von der optischen Achse.

Spektrometer um  $160^\circ$  gedreht unterhalb des Polschuhs positioniert. Der Primärelektronenstrahl wird als monoenergetischer<sup>2</sup> einfallender Elektronenstrahl senkrecht in die Eintrittsebene geleitet. Zur Realisierung des Startpunkts der Trajektorie wurde der Elektronenstrahl mit möglichst großer Apertur auf einen im Abstand  $p = 11.8$  mm gespannten Draht fokussiert. Zur Detektion der energiegefilterten BSE wurde eine  $100 \mu\text{m}$  breite Blende vor einer mit Aluminium bedampfte NE102 Szintillatorscheibe angebracht. Diese wurde optisch mit einem flexiblen Lichtleiter kontaktiert, der mit dem Photomultiplier außerhalb des SEM verbunden ist. Dieser Aufbau ist so am Probenstisch des SEM befestigt, daß die Position  $\rho$  der Blende hinter der Austrittsebene des Spektrometers mit der x-Positionierung des Probenstisches mit einer Genauigkeit von  $\pm 0.2$  mm variiert werden kann. Zur Bestimmung des Fokus wurden durch die Variation der Elektrodenablenkspannung bei konstantem Strahlstrom Spektren des Primärelektronenstrahls bei unterschiedlichen Abständen  $\rho$  zwischen der optischen Achse und der Blende aufgenommen. Bei der entsprechenden Spannung  $V_{Spek}$  werden alle einfallenden Elektronen hinter der Austrittsebene auf der Sollbahn in einem Punkt fokussiert. Befindet sich die Austrittsblende in diesem Fo-

<sup>2</sup>Die Energiebreite  $\delta E \approx 0.2$  eV der Primärelektronen aus der kalten Feldemissions-Kathode ist um mehrere Zehnerpotenzen geringer als die Auflösung des Spektrometers und kann daher vernachlässigt werden.

kus auf der Bildseite des Spektrometers, ist das gemessene Signal am höchsten, da in dieser Position die geringste Anzahl an Elektronen auf die Blende treffen. Drei Spektren sind in Abbildung 3.21 b) dargestellt. Man erkennt deutlich eine Veränderung der Signalthöhe bei den verschiedenen Abständen  $\rho$ . Die maximale Signalthöhe und geringste Halbwertsbreite des gemessenen Spektrums (siehe Kapitel 3.4) wurde bei einem Abstand von  $\rho = 20 \pm 0.2$  mm gefunden. Es gibt also eine gute Übereinstimmung mit dem in der elektronenoptischen Simulation bestimmten Wert von  $\rho = 19.9$  mm (siehe Kapitel 3.3).

### 3.4 Transmissionsfunktion, Auflösung und Spektrometerkonstante

Das Spektrum  $S^*(V)$ , das mit Hilfe des oben beschriebenen Spektrometers in Abhängigkeit von der Spektrometerablenkspannung gemessen wird, kann mit Hilfe des differentiellen Rückstreuoeffizienten nach Gleichung (1.32) durch

$$S^*(V) = \int_0^\infty \int_{\Delta\Omega} \frac{d^2\eta}{dE d\Omega} D(E) T(E, V) d\Omega dE \quad (3.10)$$

beschrieben werden. Dabei ist  $D(E)$  die Detektorantwortfunktion, die nach Kapitel 3.1.1 für das verwendete Szintillator-Photomultiplier-System durch

$$D(E) = \alpha(E - E_{Th}) \quad (3.11)$$

mit einem Verstärkungsfaktor  $\alpha$  und der Schwellenenergie des Szintillators  $E_{Th}$  beschrieben werden kann. Die Transmissionsfunktion  $T(E, V)$  charakterisiert den Anteil der durch das Spektrometer transmittierten Elektronen der Energie  $E$  bei einer eingestellten Spektrometerablenkspannung  $V$ .

Wird der Primärelektronenstrahl mit der Energie  $E_0$  als einfallendes Signal verwendet, ist die Energieverteilung eine Dirac'sche  $\delta$ -Funktion  $\delta(E - E_0)$ . Eingesetzt in Gleichung (3.10) ist das gemessene Signal für den Winkelbereich  $\Theta \pm \Delta\Theta/2$  somit

$$S^*(V, E_0) = D(E_0) T(E_0, V). \quad (3.12)$$

Da  $D(E)$  bekannt ist, kann mit Gleichung (3.12)  $T(E_0, V)$  für jede Energie bestimmt werden.

Die Transmissionsfunktion des Spektrometers wird mit einem um  $160^\circ$  gedrehten

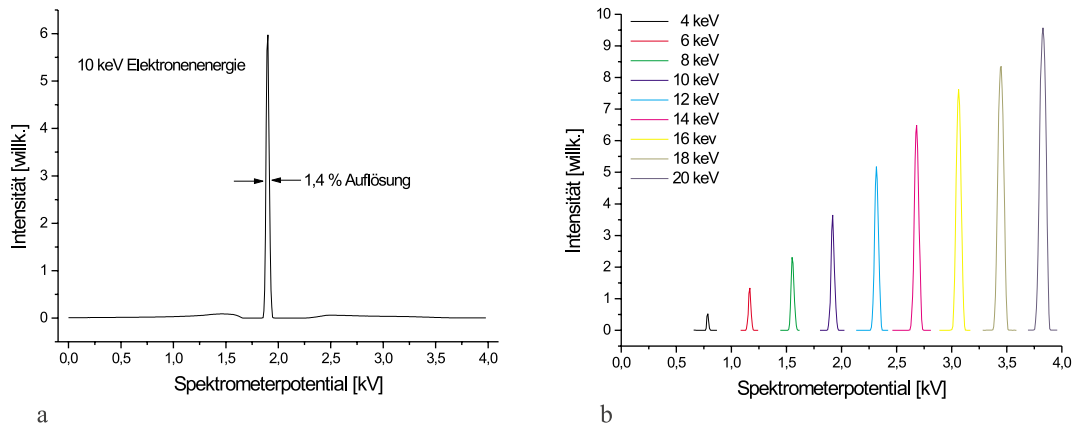


Abbildung 3.22: a) Transmissionsfunktion des Rau-Spektrometers bei einer Elektronenenergie von 10 keV und b) Funktion  $D(E_0) \cdot T(E_0, V)$  für 9 Beschleunigungsspannungen zwischen 4 und 20 kV.

Spektrometer bestimmt [8]. Der experimentelle Aufbau ist wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben, jedoch ist die Austrittsblende fest in das Spektrometer integriert (vgl. Abbildung 3.21 a)). Abbildung 3.22 a) zeigt die Transmissionsfunktion des Rau-Spektrometers bei einer Elektronenenergie von 10 keV und einer Austrittsblendenöffnungsbreite von  $b = 100 \mu\text{m}$ . Deutlich ist der Peak bei einer Spektrometerspannung von 1.9 kV zu erkennen, bei der die Elektronen mit einer Sollbahnenergie von 10 keV durch das Spektrometer transmittieren. Links und rechts neben dem Hauptpeak ist jeweils ein breiter Nebenpeak zu erkennen. Ist die Ablenkspannung  $< 1.6$  kV, so treffen alle Elektronen unter einem hohen Neigungswinkel  $\phi$  auf die negativ geladene polierte Aluminiumoberfläche der äußeren Elektrode. Da sich nach Gleichung (1.16) unter einen hohen Neigungswinkel der Probe der Rückstreukoeffizient  $\eta(\phi)$  deutlich erhöht<sup>3</sup> und die Austrittsrichtung reflektionsartig ist, kommt es zu einer erhöhten Rückstreuung in Richtung der Austrittsblende. Die Elektronen, die auf diesem Wege durch die Blende gelangen, erzeugen bei einer Ablenkspannung, die nicht der ursprünglichen Sollbahnenergie entspricht, ein Signal. Ist die Spannung  $> 2.3$  kV treffen die Elektronen mit dem gleichen Effekt auf die innere positive Elektrode. In dem Bereich nahe der Sollbahnspannung wird kein Signal registriert, da alle Elektronen auf die Blende treffen und dort absorbiert werden. Diese Nebenpeaks führen

<sup>3</sup>Bei einer Aluminiumprobe mit einem Neigungswinkel von  $\phi = 80^\circ$  ist  $\eta = 0.67$  gegenüber  $\eta = 0.15$  bei  $\phi = 0^\circ$ .

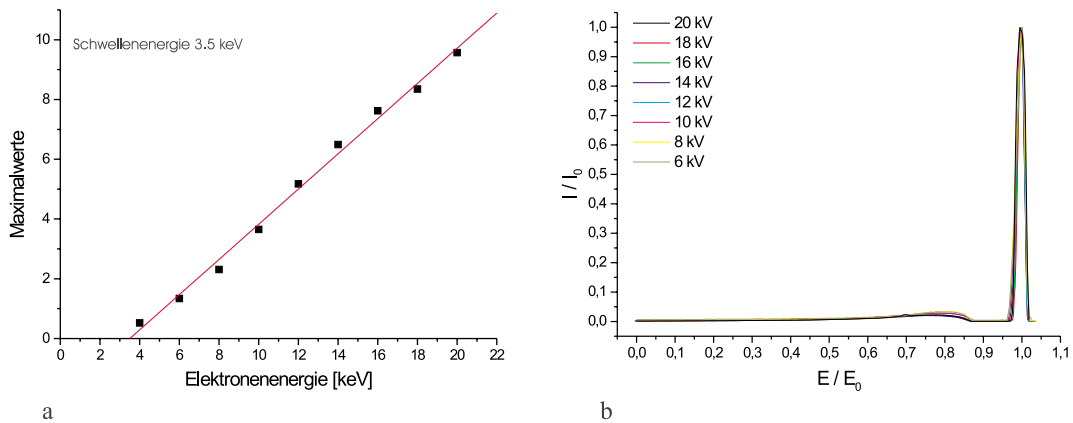


Abbildung 3.23: a) Verbindungsline der Maximalwerte der Transmissionsfunktionen und b) normierte Transmissionsfunktionen bei Beschleunigungsspannungen zwischen 6 und 20 kV.

bei der Messung eines Spektrums zu einer starken Verfälschung des idealen Signals. In Kapitel 3.8 wird gezeigt, daß durch den Einsatz anderer Elektrodentypen diese Peaks und somit eine Verfälschung der Spektren völlig vermieden werden können. Abbildung 3.22 b) zeigt die Funktion  $D(E_0) \cdot T(E_0, V)$  für neun Beschleunigungsspannungen zwischen 4 und 20 kV. Die Verbindungsline aller Maxima ist in Abbildung 3.23 a) aufgetragen und zeigt deutlich die Energieabhängigkeit und die Schwellenenergie der Detektorantwortfunktion nach Gleichung (3.11).

Anhand der Halbwertsbreite  $\Delta E$  des Peaks bei der Energie  $E_{max}$  der Transmissionsfunktion kann die Energieauflösung

$$\frac{\Delta E}{E_{max}} \quad (3.13)$$

bestimmt werden. Wird, wie in Abbildung 3.23 b) gezeigt, die Höhe der Transmissionsfunktionen auf  $S^*/S_{max}^*$  und die Ablenkspannung auf  $eV/eV_{Soll}$  normiert, so zeigen die Transmissionsfunktionen eine konstante Auflösung von  $\Delta E/E = 1.4\%$ . Auch auftretende Nebenpeaks skalieren linear mit der Energie. In Kapitel 3.6 wird der Einfluß der Blendenöffnungsbreiten auf die Auflösung untersucht.

Die Integration nach Gleichung (3.10) kann auch als Faltung des idealen Spektrums  $S_{ideal}$  mit einer Transmissionsfunktion  $\tilde{T} = D(E) \cdot T(E, V)$  betrachtet werden

$$S^*(V) = S_{ideal}(E) \otimes \tilde{T}(E, V). \quad (3.14)$$

Die gemessenen Spektren sind jedoch mit einer Transmissionsfunktion gefaltet, die für jede Ablenkspannung eine andere Höhe und Breite besitzt. Da es sich also nicht um ein lineares Meßsystem handelt, ist eine exakte **Entfaltung** der gemessenen Spektren mittels Fouriertransformation **nicht** möglich.

Daher muß für einen genauen Vergleich zwischen gemessenen und simulierten Spektren, wie in Kapitel 4 durchgeführt, ein simuliertes Spektrum mit der experimentell bestimmten Funktion  $\tilde{T}(E, V)$  gefaltet und mit dem unkorrigierten gemessenen Spektrum verglichen werden. Die Durchführung der Faltung ist in Anhang B beschrieben.

Unter der Annahme einer idealen Transmissionsfunktion kann jedoch aufgrund der linearen Verstärkung des Detektors und konstanten Auflösung des Spektrometers eine näherungsweise Korrektur der gemessenen Spektren mit

$$S_{ideal}(V) \approx \frac{S^*(V)}{\gamma(E - E_{th})E} \quad (3.15)$$

durchgeführt werden. Damit wird der Einfluß der Detektorkennlinie korrigiert und die mit wachsender Spektrometerspannung steigende Zahl der durch das Spektrometer transmittierenden Elektronen berücksichtigt. Der Faktor  $\gamma$  berücksichtigt die Verstärkung des Detektors und die Breite der Transmissionsfunktion. Die Form der Transmissionsfunktion wird jedoch bei der Korrektur nach Gleichung (3.15) nicht berücksichtigt.

Für eine Eichung des Spektrometers muß die Spektrometerkonstante  $k$  nach Gleichung (3.7) experimentell bestimmt werden. Das von der Ablenkspannung abhängige gemessene Signal kann dann durch

$$S^*(E) = S^*(k \cdot V) \quad (3.16)$$

auf die Energie der Rückstreuelektronen geeicht werden. Zur Bestimmung von  $k$  genügt es, das Verhältnis der Elektronenpotentiale  $V_{Soll} = eE_{max}$  zu den Elektrodenablenkspannungen  $V_{Spek}$  aus Abbildung 3.22 zu bestimmen. Abbildung 3.24 zeigt das konstante Verhältnis mit  $k = 5.26 \pm 0.01$ . Dieser Wert weicht um ca. 18% von dem in der Simulation bestimmten Wert von  $k = 4.43$  ab. Da der durch die Simulation gefundene Fokus sehr gut mit dem experimentellen Wert übereinstimmt (siehe Kapitel 3.3), liegt die Diskrepanz nicht an einer Ungenauigkeit der Simulation, als vielmehr an der starken Abhängigkeit der Konstanten  $k$  von den Radien des Spektrometers nach Gleichung (3.9). Diese können durch den Zusammenbau des Spektrometers um einige zehntel Millimeter variieren, wodurch dann  $k$  verändert



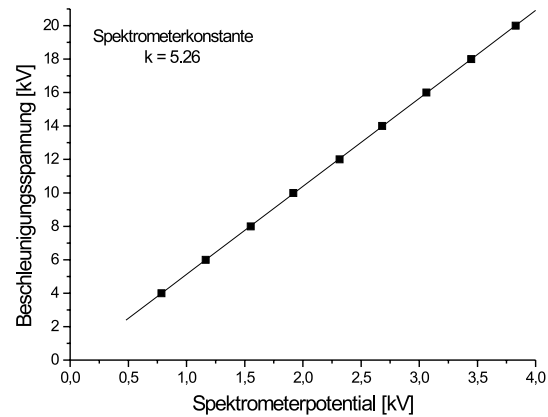


Abbildung 3.24: Bestimmung der Spektrometerkonstanten  $k$ .

wird. Darüber hinaus ist der Faktor nach dem fertigen Einbau in das SEM, wie in Kapitel 3.5 gezeigt, ebenfalls stark abhängig vom Arbeitsabstand. Daher ist im normalen Betrieb des Spektrometers eine sehr genaue experimentelle Bestimmung von  $k$  nötig. Aus diesem Grunde wird  $k$  in der Praxis aus dem halben Maximum des abfallenden Teil eines Gold-Spektrums bestimmt (siehe auch Kapitel 3.6 und Anhang B).

### 3.5 Bestimmung des Arbeitsabstandes

Damit sich das Objekt im Fokus auf der Gegenstandsseite des Spektrometers befindet und somit die Trajektorien der einfallenden Elektronen senkrecht in die Spektrometereintrittsebene führen, ist eine genaue Einstellung des Arbeitsabstandes  $d$  des Objektes im SEM notwendig (siehe Kapitel 3.2). Dabei ist die Höhe des Objektes unterhalb des Spektrometers mit Hilfe der z-Positionierung des Probenstisches mit einer Genauigkeit von  $\pm 0.1$  mm einstellbar. Zur Kalibrierung dieser Höhe wurden Goldspektren bei unterschiedlichen Arbeitsabständen aufgenommen, wovon drei in Abbildung 3.25 a) dargestellt sind. Man erkennt deutlich eine Veränderung der Signalhöhe und der Auflösung des Spektrometers bei den verschiedenen Arbeitsabständen, wenn sich das Objekt nicht im Fokus befindet. Das maximale Signal wurde bei  $d' = 5.3 \pm 0.1$  mm Abstand zwischen Objektfläche und Torusmitte gefunden (siehe Abbildung 3.25 b)). Dieser Wert stimmt mit dem nach Gleichung (3.1) theo-

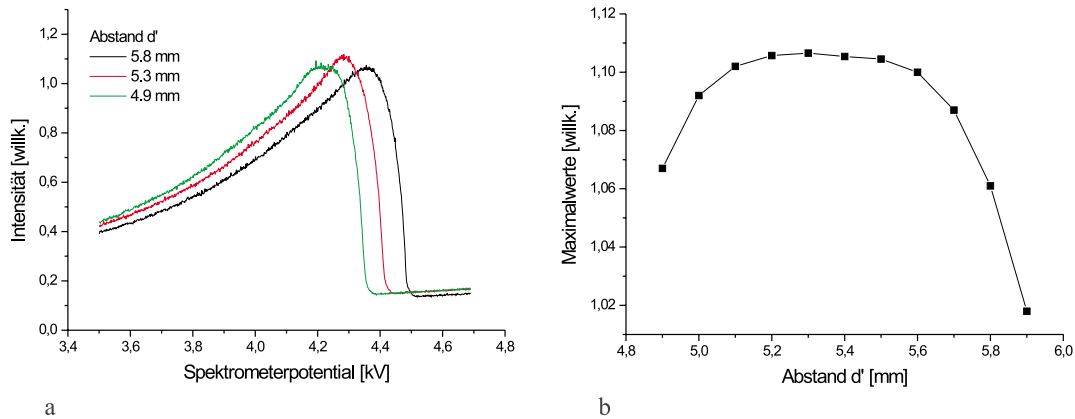


Abbildung 3.25: a) Goldspektren bei unterschiedlichen Arbeitsabständen und b) Abhängigkeit der Signalintensität vom Arbeitsabstand.

retisch bestimmten überein. Der gesamte Arbeitsabstand im SEM beträgt durch die Höhe des eingebauten Spektrometers ca. 31 mm.

### 3.6 Einfluß der Blendenöffnungsbreiten

Da die Auflösung des Spektrometers möglichst hoch sein sollte, damit die verschiedenen Energien und somit auch die Informationen aus den verschiedenen Tiefen des Objektes, nicht überlagert werden, wird eine hohe Energieauflösung des Spektrometers verlangt. Daher wurde der Einfluß der Öffnungsweite der Eintritts- und Austrittsringblenden auf die relative Auflösung des Spektrometers untersucht. Die Auflösungen wurden dabei, wie Abbildung 3.26 a) zeigt, aus den Halbwertsbreiten von Goldspektren bei  $E_0 = 10$  keV bestimmt. Abbildung 3.26 b) zeigt, daß die Auflösung mit kleiner werdender Austrittsblende bei einer 1,5 mm Eintrittsblende linear höher wird, jedoch bei  $b \leq 200 \mu\text{m}$  konstant ca. 2% beträgt. Um ein möglichst hohes Signal bei hoher Auflösung zu erhalten, ist also eine Öffnungsweite von  $b = 200 \mu\text{m}$  optimal.

Um den Einfluß der Öffnungsweite der Eintrittsblende auf die Auflösung zu untersuchen, wurden zwei Blenden mit jeweils  $a = 0,2$  mm beziehungsweise  $a = 1,5$  mm gefertigt und jeweils ein Gold-Spektrum mit den verschiedenen Blenden aufgezeichnet. In Abbildung 3.27 a) ist ist deutlich die Verbesserung der Auflösung

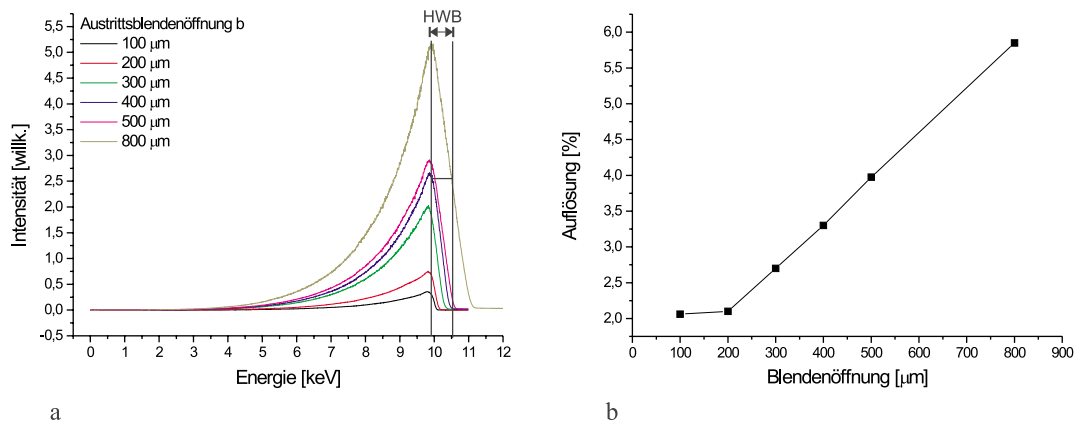


Abbildung 3.26: a) Goldspektren bei unterschiedlichen Austrittsblendenöffnungsweiten und b) Abhängigkeit der Spektrometerraufösung von den Austrittsblendenöffnungsweiten.

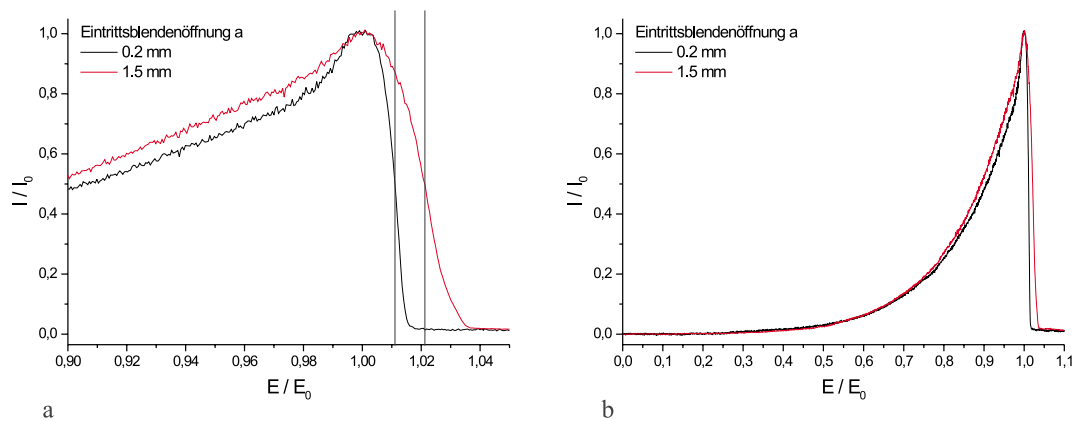


Abbildung 3.27: Goldspektren bei  $a = 0.2$  mm und  $a = 1.5$  mm Eintrittsblendenöffnungsweite.

von 2% auf 1% zu erkennen. Allerdings verringert sich nach Gleichung (3.3) der erfaßte Winkelbereich von  $7.3^\circ$  auf  $1.0^\circ$  und nach Gleichung (3.6) der Anteil der in das Spektrometer fallenden Elektronen von 8.16% auf 1.1%. Dies führt insbesondere bei Objekten aus leichten Elementen mit niedrigem Rückstreuoeffizienten und bei niedriger Beschleunigungsspannung zu einem deutlich schlechteren Signal-zu-Rausch Verhältnis bei der Aufnahme von Spektren und energiegefilterten Abbildungen. Da der Einfluß der Auflösungsverbesserung auf das gesamte Spektrum, wie Abbildung 3.27 b) zeigt, jedoch nur gering ist, wurde daher im Folgenden, falls nicht ausdrücklich erwähnt, die 1.5 mm Eintrittsblende verwendet.

### 3.7 Einfluß des Spektrometerpotentials auf den Primärelektronenstrahl

Um durch den Betrieb des Spektrometers die Position des Primärelektronenstrahls und somit den Bildausschnitt nicht zu verändern und das Auflösungsvermögen des SEM nicht herabzusetzen, sollte der Raum über der Probe frei vom elektrischen Feld des Spektrometers sein. Der Abstand zwischen der Probe und dem Spektrometer ist durch den Arbeitsabstand  $d'$  festgelegt. Anhand von Sekundärelektronenabbildungen wurde der Einfluß des Spektrometerpotentials auf den Primärelektronenstrahl überprüft. Es wurden bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen die Änderungen des Bildausschnitts der SE-Bilder bei verschiedenen Betriebsspannungen des Spektrometers registriert (siehe Abbildung 3.28 a)). Abbildung 3.28 b) zeigt die Bilddrift in Abhängigkeit vom Spektrometerpotential  $V_{1,2}$ . Es zeigt sich, daß der Bildausschnitt sich beim Einsatz der 1.5 mm Eintrittsblende um einen konstanten Faktor von ca.  $700 \text{ nm} \cdot \frac{V_{1,2}}{E_0}$  ändert. Dadurch sind Spektrenaufnahmen von Bereichen, die kleiner sind als dieser Faktor erlaubt, wie zum Beispiel Messungen an Kanten oder Übergängen, mit der 1.5 mm Blende nicht möglich. Beim Einsatz der 0.2 mm Eintrittsblende konnte im Rahmen des Auflösungsvermögens des SEM keine Änderung des Bildausschnitts festgestellt werden, so daß in diesem Fall das Feld im Raum zwischen Spektrometer und Probe hinreichend klein ist. Beim Einsatz der 0.2 mm Blende hängt die erzielbare Auflösung des SEM nicht von der Spektrometerspannung, sondern nur von externen Einflüssen, wie Stagedrift, dem Auflösungsvermögen des SEM und der Größe der Diffusionswolke ab.

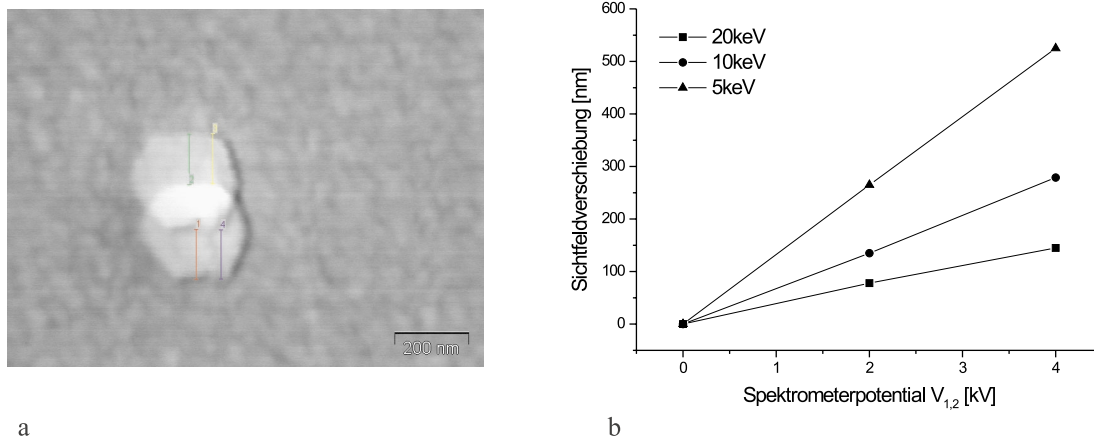


Abbildung 3.28: a) Addition zweier Bilder mit  $V_{1,2} = \pm 2.0$  keV und  $V_{1,2} = 0$  keV bei einer Beschleunigungsspannung von 10 kV und b) Drift des Sichtfeldes in Abhängigkeit vom Spektrometerpotential.

### 3.8 Elektrodentypen

Es wurden im Laufe der Untersuchungen drei Elektrodentypen verwendet:

1. aus poliertem Edelstahl,
2. aus poliertem Aluminium
3. und Elektroden aus Edelstahl, deren Oberfläche mit einer Sägezahnstruktur versehen wurde.

Spektren, die mit den polierten Elektroden aufgezeichnet wurden, weisen durch die Faltung mit der Transmissionsfunktion dieser Elektroden, wie Abbildung 3.29 zeigt, deutliche Artefakte auf. Beschreibungen und Messungen zur Transmissionsfunktion sind in Kapitel 3.4 zu finden. Die Faltung wird oberhalb der Primärenergie von 20 keV am deutlichsten sichtbar. Aufgrund des höheren Rückstreuoeffizienten von Edelstahl sind die Artefakte dort stärker ausgeprägt als bei der Verwendung von Aluminium. Jedoch bildet sich auf der Oberfläche des Aluminiums während des Elektronenbeschusses durch Oxidation eine Isolationsschicht, die die Elektroden unbrauchbar macht. Durch den Einsatz von Sägezahn-Edelstahlelektroden, vorgeschlagen von Froitzheim *et al.* [25], konnte jedoch die Transmissionsfunktion so optimiert werden, daß keine Nebenpeaks mehr in der Transmissionsfunktion auftreten und

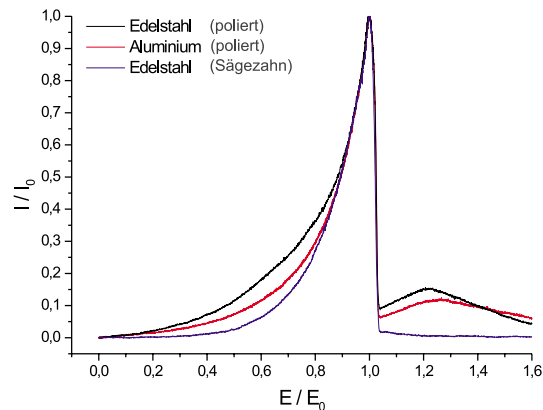


Abbildung 3.29: Wirkung der Transmissionsfunktionen der unterschiedlichen Elektroden auf Goldspektren.

somit die Artefakte in den gemessenen Spektren verschwinden, was Abbildung 3.29 eindrucksvoll zeigt. Die Sägezahnstruktur auf den Elektroden wurde dabei so angeordnet, daß die auf die Elektroden treffenden Elektronen nicht mehr mit hohem Neigungswinkel  $\phi$ , sondern senkrecht auf das Metall treffen. Dadurch wird nach Gleichung (1.16) der Rückstreuoeffizient minimiert und werden die Elektronen in Richtung der Eintrittsblende (und nicht der Austrittsblende) zurückgestreut. Daher tragen Elektronen, die eine Energie  $E \neq E_{Soll}$  haben und deshalb auf die Elektroden treffen, nicht mehr zum Signal bei der Sollbahnablenkspannung  $V_{Spek}$  bei.

An den Spitzen der Sägezahnstruktur treten erhöhte Feldstärken innerhalb des Spektrometers auf. Jedoch wurden bis zu einer Spektrometerspannung von  $V_{Spek} = 6.0$  kV die nötig ist, um Spektren bei einer Primärenergie von 30 keV aufzunehmen, keine Überschläge festgestellt. Daher wurden bei allen folgenden Messungen die Sägezahn-Edelstahlelektroden verwendet.

### 3.9 Stabilitätskorrektur der Spektren

Die kalte Feldemissionskathode des Hitachi S 4000 weist hochfrequente Intensitätsschwankungen mit einer Amplitude zwischen 5% und 10% auf. Darüber hinaus ist in Abbildung 3.30 a) eine starke Langzeitdrift der Strahlintensität zu erkennen. Aufgrund dessen sind die aufgezeichneten Spektren mit entsprechenden Fehlern behaf-

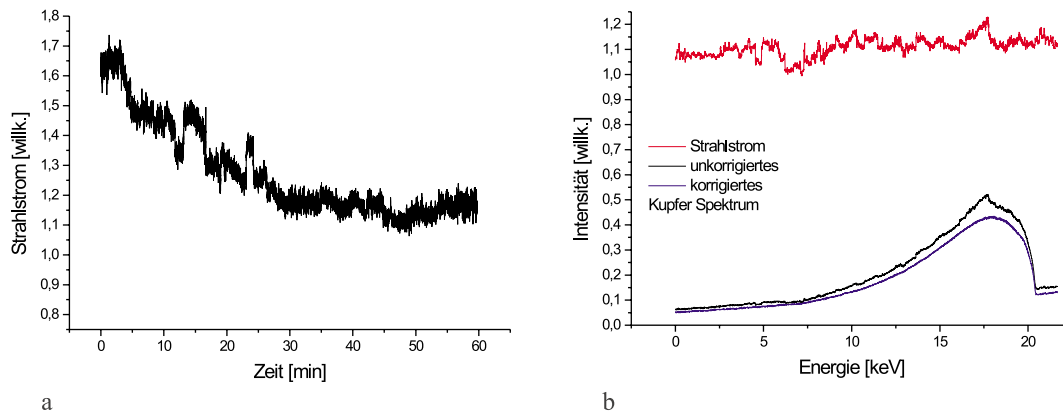


Abbildung 3.30: a) Helligkeitsschwankungen der kalten Feldemissionskathode über den Zeitraum von einer Stunde und b) Normierung der Spektren am Beispiel eines Kupfer Spektrums bei 20 keV.

tet. Daher wird mit Hilfe der Meß- und Steuersoftware, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, parallel zu jedem Spektrum ein Referenzsignal aufgezeichnet, mit dem die Spektren im Rechner normiert werden. Dieses Referenzsignal wird direkt an der Aperturblende des SEM abgegriffen und ist proportional zu der Höhe des Strahlstroms. Dadurch werden die Signalschwankungen und die Drift aus dem Spektrum eliminiert (siehe Abbildung 3.30 b)). Innerhalb weniger Prozent Varianz ist es auch nach mehreren Stunden Strahlzeit möglich, reproduzierbare Spektren zu erhalten.

Da die AnalySIS-Bildaufnahmesoftware keine parallele Datenaufnahme erlaubt, können die aufgezeichneten energiegefilterten BSE-Abbildungen bezüglich der Strahlenschwankungen nicht korrigiert werden. Daher sind in den BSE-Abbildungen leichte Helligkeitsschwankungen zu erkennen, die in Form von Längsstreifen sichtbar werden.

Die Entwicklung einer elektronischen Korrektureinheit die neben der Normierung von Spektren auch die Korrektur von BSE-Abbildungen ermöglicht, wird von Aisenbrey [1] betrieben.

# Kapitel 4

## Experimentelle BSE-Spektren

Zur experimentellen Überprüfung der Möglichkeiten der tiefenselektiven Analyse mit Hilfe der Energiefilterung der rückgestreuten Elektronen wurden verschiedene Modellpräparate hergestellt. Die BSE-Energieverteilung dieser Präparate wird mittels des in Kapitel 3 beschriebenen Spektrometers durch die Variation der Spektrometertablenkspannungen und Registrierung der selektierten BSE aufgezeichnet. In diesem Kapitel werden die experimentell ermittelten Spektren auf der Basis der verschiedenen in Kapitel 1 vorgestellten Modelle analysiert und mit den in Kapitel 2 mittels der Monte-Carlo Methode simulierten Energieverteilungen quantitativ verglichen. Dadurch wird auch eine Überprüfung der in der Simulation eingesetzten Streumodelle möglich.

### 4.1 Probenpräparation

Die im Rahmen dieser Arbeit selbst präparierten massiven Proben und Mehrschichtsysteme wurden in einer Hochvakuum-Verdampfungsanlage E306A der Firma Edwards erstellt. Der Restdruck im Rezipienten betrug dabei maximal  $p \leq 2 \cdot 10^{-5}$  hPa. Als Substrat wurden  $5 \times 5$  mm<sup>2</sup> große Siliziumträger verwendet, die eine im Rahmen des Auflösungsvermögens des Hitachi SEM vernachlässigbare Oberflächenrauigkeit besitzen. Dadurch werden die Messungen nicht durch Topographieeffekte verfälscht. Zur Erstellung der massiven Proben wurden verschiedene Materialien in einer Dicke aufgedampft, die mindestens der Austrittstiefe der rückgestreuten Elektronen nach Gleichung (1.26) bei 30 kV Primärenergie entspricht. Somit ist gewährleistet, daß der Siliziumträger die Messungen nicht beeinflusst. Die Menge



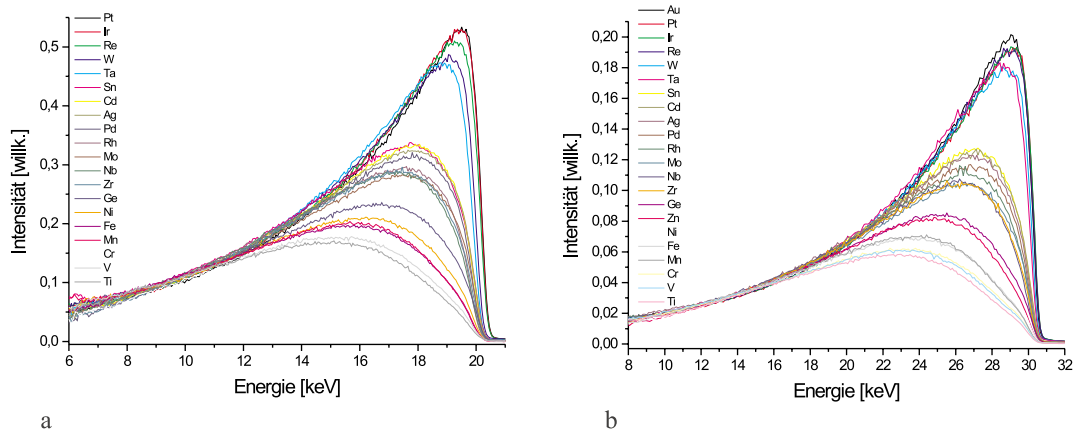


Abbildung 4.1: Spektren von verschiedenen Reinelementen eines EDX-Eichstandards mit Ordnungszahlen zwischen 22 und 79 bei einer Beschleunigungsspannung von a) 20 keV und b) 30 keV.

des dafür zu verdampfenden Materials wurde unter der Annahme einer isotropen Verdampfung in den Halbraum oberhalb der verwendeten Wolframschiffchen unter Berücksichtigung des Abstandes zwischen Schiffchen und Siliziumträger näherungsweise bestimmt [69]. Die genaue Dicke der aufgedampften Schichten wurde mit Hilfe einer Schwingquarzmeßeinrichtung FMT6 von Edwards und einer manuellen Shutter-Einheit kontrolliert [78]. Die Eichung des Schwingquarzes wurde mit Hilfe eines Tolanskyschen Vielstrahl-Interferometers überprüft [63]. Die Genauigkeit der so bestimmten Schichtdicken beträgt daher ca. 1%.

Die Präparation der Mehrschichtsysteme erfolgte durch stufenweises Aufdampfen rechteckiger Bereiche auf dem Siliziumträger. Die einzelnen Bereiche wurden durch schrittweises Abdecken mit Aluminiumfolie erzeugt. Um ein fertig präpariertes Objekt in das SEM einzubringen, wurde es mittels Leit-C plan auf einen Aluminiumprobenteller aufgeklebt. In Kapitel 4.2 wird darüberhinaus ein kommerzieller EDX-Eichstandard verwendet.

## 4.2 Spektren massiver Proben

Um die Energieverteilung der rückgestreuten Elektronen massiver Materialien unterschiedlicher Ordnungszahl experimentell zu ermitteln, wurden Spektren von verschiedenen Reinelementen eines EDX-Eichstandards mit Ordnungszahlen zwischen 22 und 79 aufgezeichnet. Die Abbildungen 4.1 a) und b) zeigen 23 Spektren, die bei einer Beschleunigungsspannung von 20 bzw. 30 kV aufgenommen wurden. Alle Spektren sind in Bezug auf die Faltung mit der Transmissionsfunktion des Spektrometers und der Energieabhängigkeit des Szintillationsdetektors nach Gleichung (3.15) korrigiert. Das hat zur Folge, daß der Rauschanteil der Spektren mit zunehmendem Energieverlust immer stärker hervortritt. Daher ist die Darstellung der aller korrigierten Spektren auf den höher energetischen Anteil beschränkt. Da alle Materialien auf einer Probe angeordnet sind, sind die Aufnahmebedingungen für die einzelnen Spektren konstant. Man erkennt an der unterschiedlichen Form und Höhe der Spektren die verschiedenen Elektronenstreueigenschaften der Materialien mit unterschiedlicher Ordnungszahl. Da nach Gleichung (1.6) in einem Festkörper mit hohem  $Z$  die elastischen Streuprozesse überwiegen, liegt die wahrscheinlichste Energie  $E_p$  nahe der Primärenergie von 20 bzw. 30 kV. Umgekehrt liegt die wahrscheinlichste Energie bei einem Objekt mit niedriger Ordnungszahl bei einer geringeren Energie, da die unelastischen Streuprozesse überwiegen. Im Rückschluß ist also anhand der Form und Höhe eines Spektrums eine Charakterisierung des Materials möglich. In Kapitel 1.3.6 wurde dieser Zusammenhang beschrieben und in Kapitel 2.2 mit Hilfe der Monte-Carlo Methode auch in der Simulation gezeigt. Es lassen sich anhand der experimentellen Spektren selbst Materialien trennen, die sich nur um eine Ordnungszahl unterscheiden. Abbildung 4.2 zeigt die unter konstanten Bedingungen aufgezeichneten Spektren von Aluminium ( $Z=13$ ) und Silizium ( $Z=14$ ) bei 20 kV Beschleunigungsspannung. Man erkennt die höhere Rückstreuung und das leicht zur Primärenergie verschobene Maximum des Silizium-Spektrums.

Eine auf dem Standard aufgebrachte leitfähige Kohlenstoffschicht verfälschte bei niedrigeren Beschleunigungsspannungen die aufgenommen Spektren zunehmend. Daher wurden für einen genaueren Vergleich der Energieverteilungen untereinander Spektren von frisch aufgedampften Reinelementen Aluminium, Kupfer, Silber und Gold aufgenommen. Einen Vergleich von Spektren gleicher Reinelemente bei Beschleunigungsspannungen von 15, 20, 25 und 30 keV zeigen die Abbildungen 4.3 a)–d). Man erkennt, daß bei diesen Primärenergien, äquivalent zur in Kapitel 1.3.2

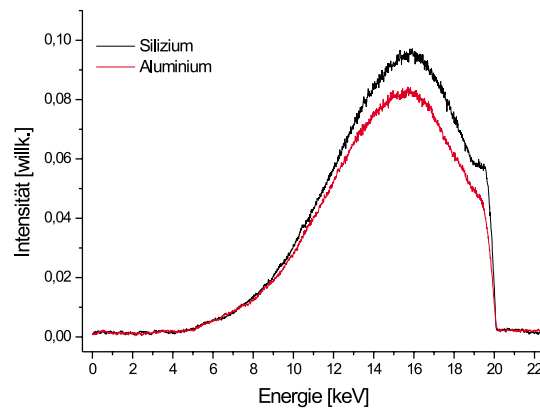


Abbildung 4.2: Spektren von Aluminium und Silizium bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV.

gezeigten Konstanz des Rückstreukoeffizienten  $\eta$ , der Spektrenverlauf der auf  $E/E_0$  normierten Spektren im wesentlichen identisch ist. Dies konnte in Kapitel 2.2 ebenfalls mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation gezeigt werden. Aufgrund der Faltung mit der Transmissionsfunktion des Spektrometers kommt es bei zunehmender Spektrometerspannung, also bei der Messung von Spektren höherer Beschleunigungsspannungen, zu einer Verringerung der absoluten Auflösung (siehe Kapitel 3.4). Diese ist an der „Verschmierung“ der gemessenen Spektren bei zunehmender Beschleunigungsspannung zu erkennen.

Das Integral  $\Delta\eta$  über ein gemessenes und korrigiertes Spektrum ist nach Gleichung (2.3) proportional zum gesamten Rückstreukoeffizienten  $\eta$ . Aus den Spektren sollte also mittels einer Eichung ein Vergleich der Rückstreukoeffizienten möglich sein. In den Abbildungen 4.4 a) und b) sind Rückstreukoeffizienten für Primärenergien von 20 und 30 kV aufgetragen. Dazu wurden die Integrale über die korrigierten experimentellen Spektren des EDX-Standards aus Abbildung 4.1 a) und b) und der aufgedampften Reinelemente aus den Abbildungen 4.3 a)–d) bestimmt. Innerhalb einer Meßreihe wurden die Spektren mit einem konstanten  $\beta$  so skaliert, daß die Werte von  $\beta \cdot \Delta\eta$  für Gold mit dem Literaturwert des gesamten Rückstreukoeffizienten von Gold übereinstimmen. Darüber hinaus sind die mit Hilfe von 15 simulierten winkelselektierten Spektren berechneten und ebenso skalierten Koeffizienten aufgetragen. Ebenfalls sind die von Joy [38] bzw. Reimer und Tollkamp [72] experimentell

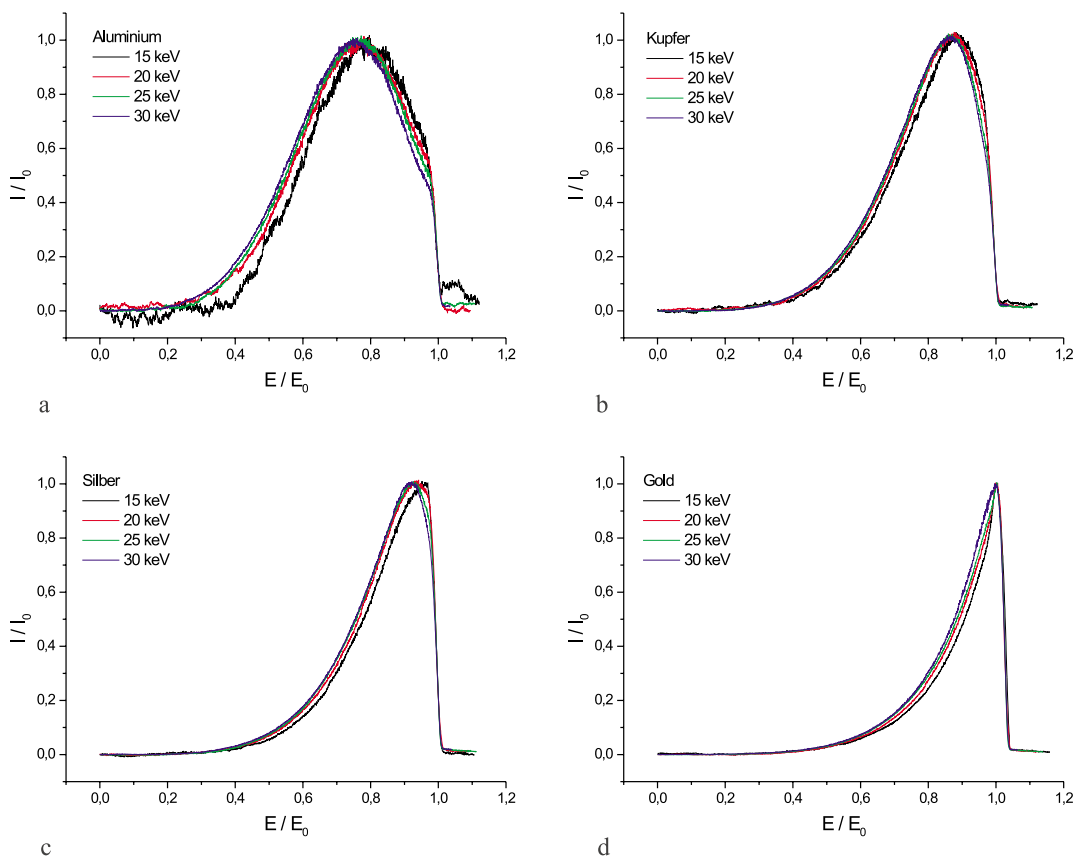


Abbildung 4.3: Vergleich der Spektren bei Beschleunigungsspannung von 15, 20, 25 und 30 keV. Die Spektren sind nicht korrigiert.

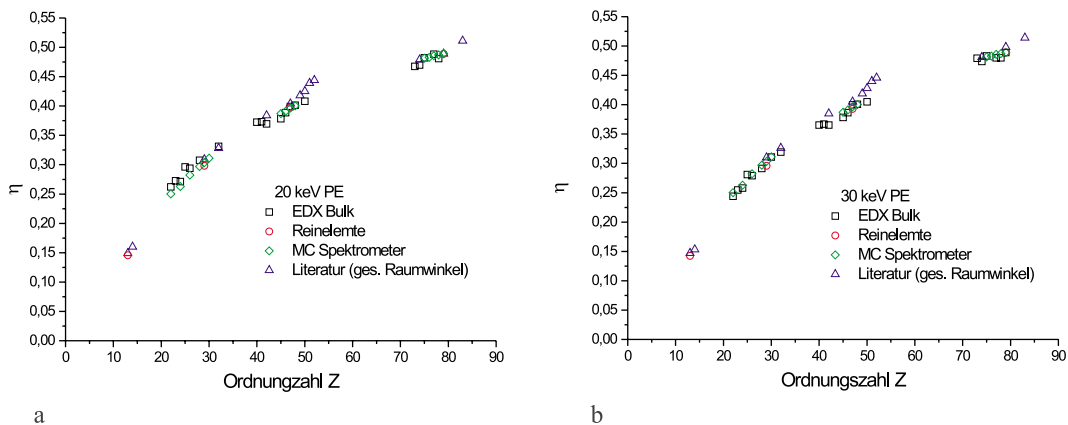


Abbildung 4.4: Vergleich der Rückstreukoeffizienten  $\eta$  aus Messung, Monte-Carlo Simulation und Literatur bei 20 keV und 30 keV Primärenergie.

bestimmten gesamten Rückstreukoeffizienten  $\eta$  aufgezeigt. Man erkennt insgesamt bei beiden Beschleunigungsspannungen eine hervorragende Übereinstimmung der im Rahmen dieser Arbeit simulierten und experimentell bestimmten Werte untereinander und darüber hinaus eine weitgehende Übereinstimmung mit den Literaturwerten.

### 4.3 Überprüfung des Monte-Carlo Modells an Reinelementen

Um den genauen Verlauf der experimentell bestimmten Spektren mit den simulierten Energieverteilungen der Reinelemente aus Kapitel 2.2 genauer miteinander vergleichen zu können, ist eine Korrektur der gemessenen Spektren nach Gleichung (3.15) nicht ausreichend. Die Transmissionsfunktion des Spektrometers und die Detektoreigenschaften müssen für jeden Energiekanal einzeln berücksichtigt werden (siehe Kapitel 3.4). Dazu wurden die simulierten Spektren nach Gleichung (B.7) numerisch mit der Transmissionsfunktion gefaltet. Die Abbildungen 4.5 a)–d) zeigen die ungefalteten und gefalteten simulierten Spektren im Vergleich mit den unkorrigierten experimentell ermittelten Spektren von Aluminium, Kupfer, Silber und Gold bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV. Dabei wurden die experimentellen Spektren innerhalb einer Meßreihe mit einem konstanten Faktor so skaliert, daß die Integrale über die simulierten und gemessenen Spektren möglichst gut miteinan-

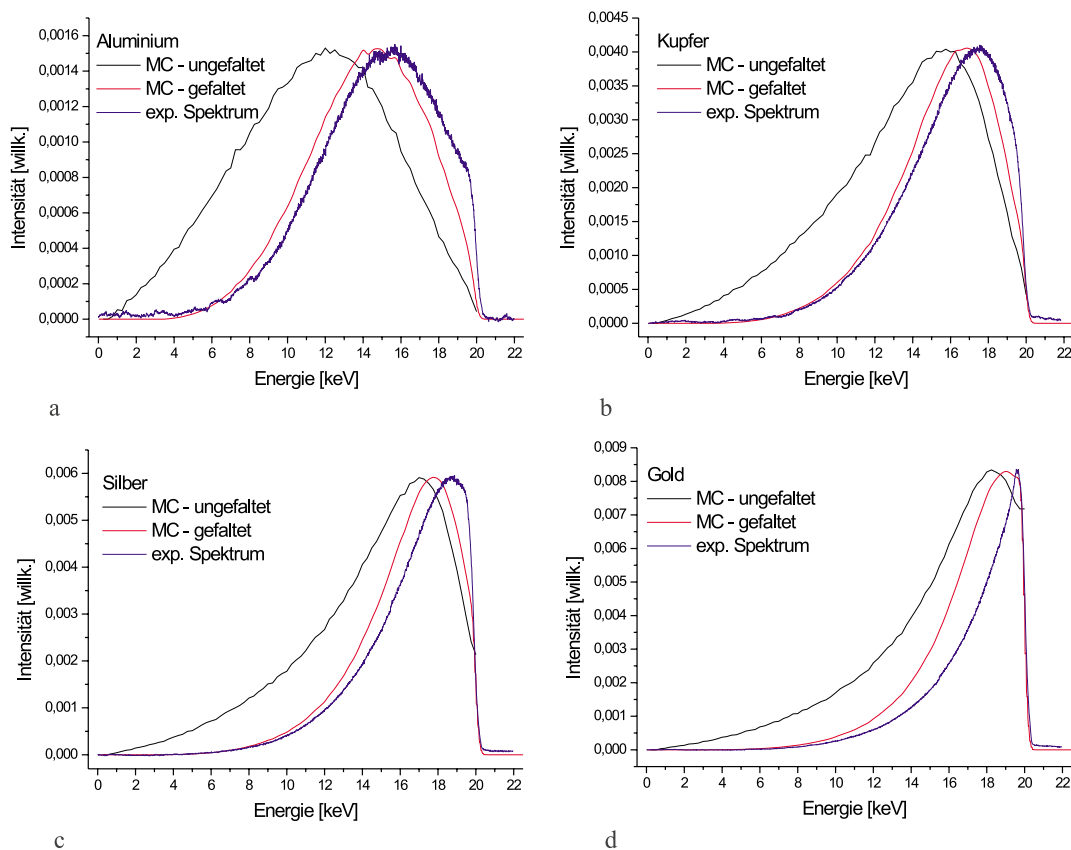


Abbildung 4.5: Ungefaltete und gefaltete simulierte Spektren im Vergleich mit den unkorrigierten experimentell ermittelten Spektren von Aluminium, Kupfer, Silber und Gold bei 20 keV Primärenergie.

der übereinstimmen. Man erkennt, daß der qualitative Verlauf und die Höhe der gefalteten simulierten Spektren gut mit den gemessenen Spektren übereinstimmen. Insbesondere ist zu erkennen, daß das leichte Element Al eine gute Übereinstimmung der experimentellen Spektren mit den gefalteten simulierten Spektren aufweist. Jedoch weichen die gemessenen Spektren von Cu, Ag und Au von den simulierten ab. Dieses Ergebnis zeigt eine unzureichende Genauigkeit der *Continuous Slowing Down Approximation* nach Gleichung (1.8), die für die Bestimmung des Energieverlustes in der Simulation implementiert ist. Mit der CSDA wird nur ein mittlerer Energieverlust pro Wegelement bestimmt. Der Energieverlust pro Wegelement variiert jedoch statistisch um den Mittelwert  $E_m$ , was als Energie-*Straggling* bezeichnet wird. Daher können auch Elektronen mit geringerem Energieverlust den Festkörper wieder verlassen, weshalb die gemessenen Spektren zu höheren BSE-Energien hin verschoben sind. Der Einsatz eines Modells, das die statistische Verteilung der Elektronenenergien um den mittleren Wert  $E_m$  berücksichtigt, und somit diskreten Energieverlusten gerecht wird, sollte zu entsprechenden Verbesserungen im Ergebnis der Simulation in Bezug auf die Energieverteilung führen [23, 71, 95].

Die Ergebnisse der in dieser Arbeit durchgeführten Simulationen mit dem Programm MOCASIM in Bezug auf die Rückstreuoeffizienten, die Winkelverteilung und die Austrittstiefenverteilung der rückgestreuten Elektronen stimmen jedoch mit den von verschiedenen Autoren gemessenen experimentellen Werten überein [17, 52]. Gleiches gilt für die zum Beispiel von Frase [24] mit Hilfe von MOCASIM durchgeführte Simulation der Eigenschaften der Sekundärelektronen im SEM.

## 4.4 Zweischichtsysteme

Um den Einfluß von dünnen Deckschichten auf einem Substrat bis hin zu verschiedenen Schichtfolgen von unterschiedlichen Materialien auf die Spektren der rückgestreuten Elektronen zu untersuchen, wurden verschiedene Schichtsysteme präpariert. Die aufgezeichneten Spektren wurden dann nach Gleichung (3.15) in Bezug auf die Spektrometereigenschaften korrigiert. So wurden 200, 400, 600 und 800 nm dicke Aluminiumschichten, die auf massivem Kupfer aufgedampft wurden, bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie untersucht. Die Abbildungen 4.6 a)–d) zeigen die aufgezeichneten Spektren im Vergleich mit den Spektren von massivem Kupfer und Aluminium. Die Abbildungen 4.7 a)–d) zeigen die Spektren von 50, 100, 150 und 200 nm dicken Kupferschichten, die auf massivem Aluminium aufgedampft wurden.

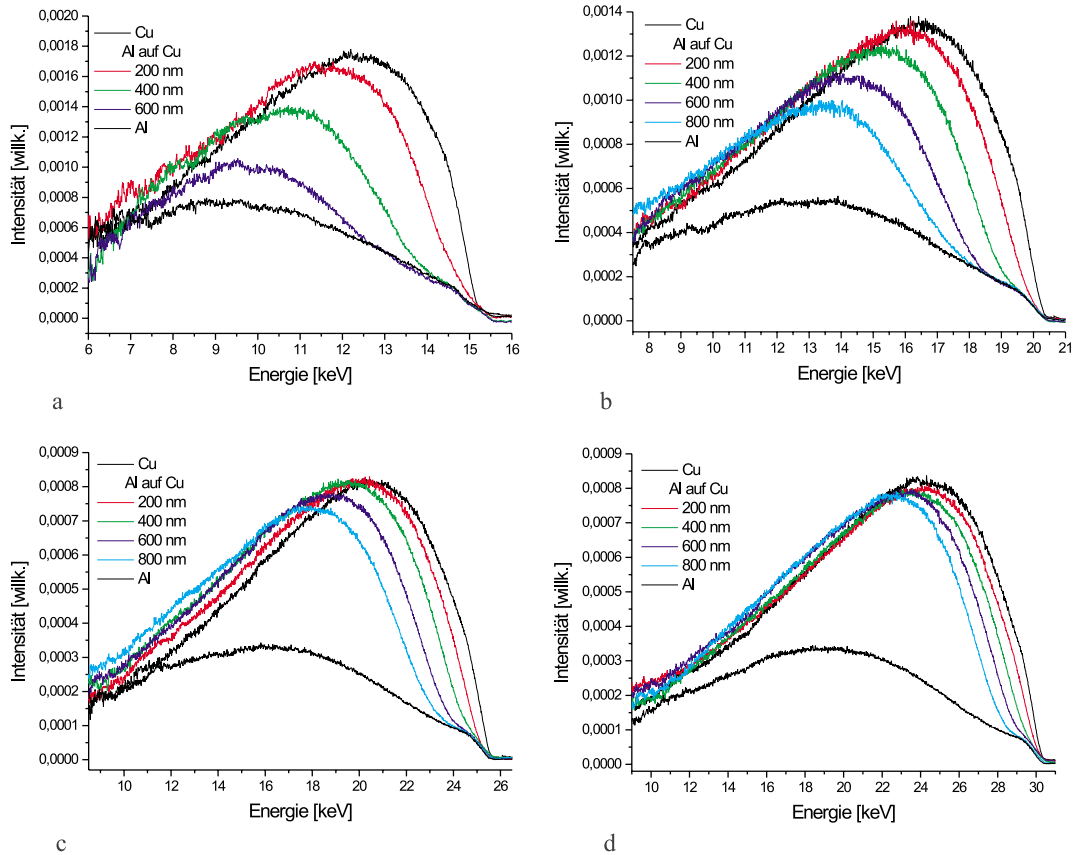


Abbildung 4.6: Spektren von reinem Aluminium, 200, 400, 600 und 800 nm Aluminium auf massivem Kupfer und reinem Kupfer bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie.



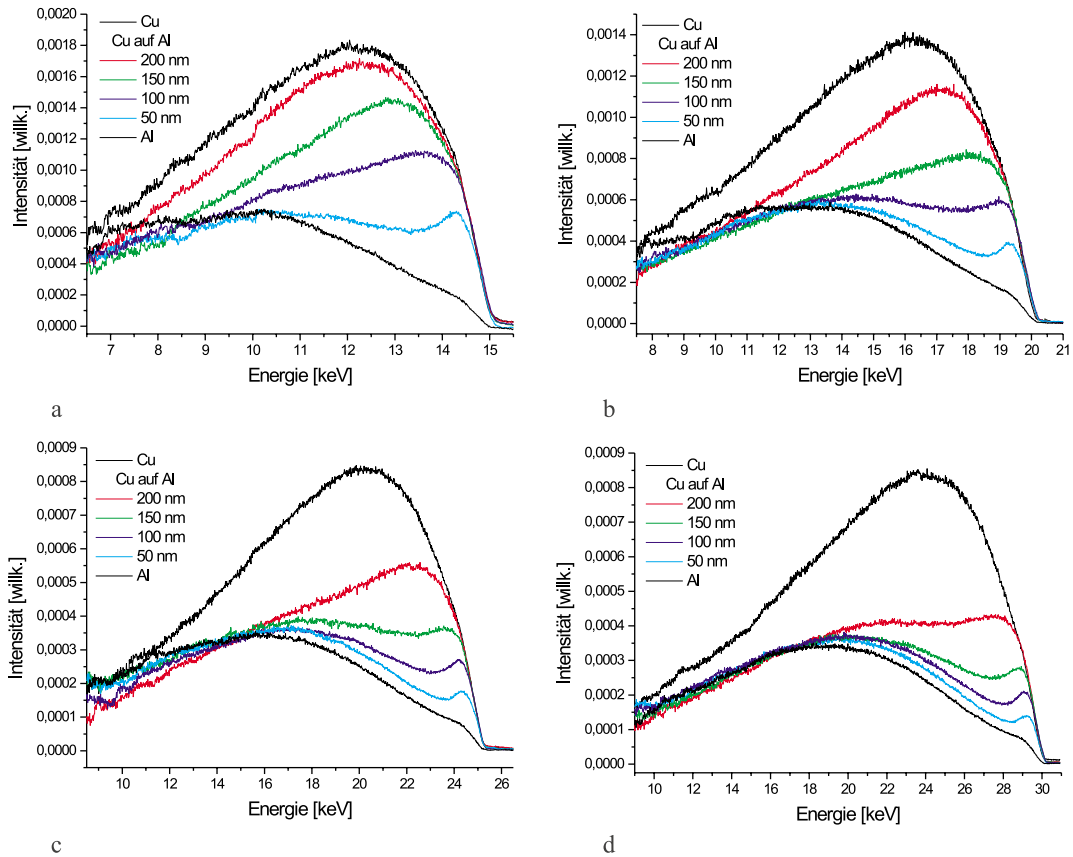


Abbildung 4.7: Spektren von reinem Kupfer, 50, 100, 150 und 200 nm Kupferschichten auf massivem Aluminium und reinem Aluminium bei 15, 20, 25 und 30 keV Primärenergie.

Die Primärenergie beträgt wiederum 15, 20, 25 und 30 keV.

In allen Spektren ist deutlich zu erkennen, daß die Spektren der Zweischichtsysteme von der Primärenergie  $E_0$  bis zu einer Energie  $E_1$  identische Verläufe mit dem Spektrum des reinen Materials haben. Dies bestätigt, wie in Kapitel 2.6.1 mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation gezeigt, daß unter einer Deckschicht liegende Materialänderungen oberhalb von  $E_1$  die Form des Spektrenverlaufs nicht beeinflussen. Unterhalb von  $E_1$  sind deutlich die Abweichungen der Spektrenverläufe von den Mehrschichtobjekten von den Spektren der Reinelemente zu erkennen. Diese Abweichung ist somit auf eine Erhöhung bzw. Verringerung der Rückstreuung durch Änderung des Materials mit zunehmender Eindringtiefe  $z_{max}$  innerhalb des Objektes bei zunehmendem Energieverlust  $\Delta E$  zurückzuführen. Bei größeren Energieverlusten ist die Rückstreuung der Zweischichtsysteme Aluminium auf Kupfer geringfügig höher als die des reinen Kupfers. Das liegt an der im Vergleich zum Kupfer geringeren Wechselwirkung des aufliegenden Aluminiums mit den zurückgestreuten Elektronen. Umgekehrt ist die Rückstreuung der Zweischichtsysteme Kupfer auf Aluminium bei höheren Energieverlusten geringer als die des reinen Aluminiums, da die Kupferschichten die Zahl der rückgestreuten Elektronen verringern.

## 4.5 Dreischichtsysteme

Als dreischichtiges Modellpräparat wurden 50, 100, 150 und 200 nm dicke Kupferschichten auf eine 200 nm dicke Aluminiumschicht aufgedampft, die zuvor auf massives Kupfer präpariert wurde. Die Abbildungen 4.8 a)–c) zeigen die Spektren des Kupfer-Aluminium-Kupfer Objektes bei einer Beschleunigungsspannung von jeweils 15, 20 und 25 keV. Deutlich ist, wie auch in den Abbildungen 4.7 a)–c), die Abnahme der Rückstreuintensität bei einer Energie  $E_1$  nahe der Primärenergie aufgrund der Aluminium-Zwischenschicht zu erkennen. Mit weiter abnehmender BSE-Energie nimmt die Intensität aufgrund der erhöhten Rückstreuung des massiven Kupfers jedoch wieder zu. Abbildung 4.8 d) zeigt als ein Beispiel ein (unkorrigiertes) Spektrum des Objektes mit 150 nm Kupfer auf 200 nm Aluminium auf massivem Kupfer im Vergleich mit dem 150 nm Kupfer auf massivem Aluminium Objekt bei einer Beschleunigungsspannung von 20 keV. Man erkennt im Spektrenverlauf, daß auch unter zwei Schichten verborgene Materialänderungen erst ab einer bestimmten Energie  $E_2$  und den damit verbundenen Eindringtiefen den Spektrenverlauf beein-

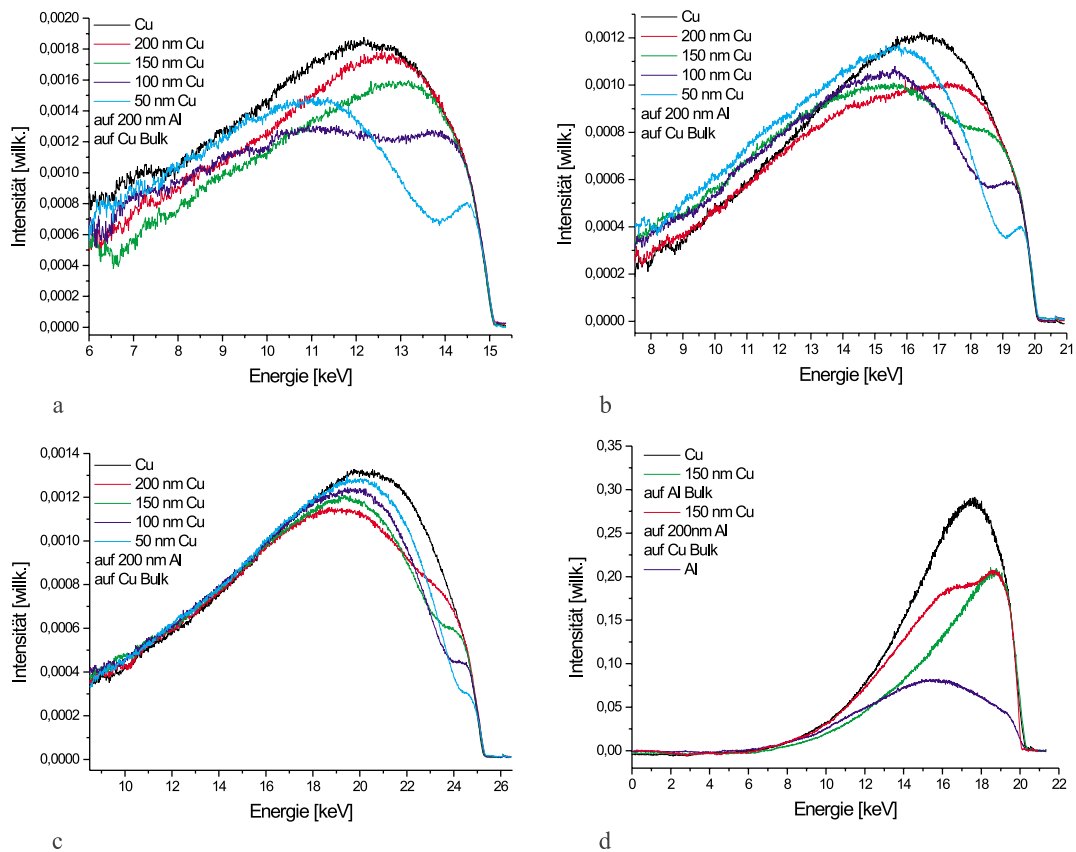


Abbildung 4.8: Spektren von 50, 100, 150, 200 nm Kupferschichten auf 200 nm Aluminium auf massivem Kupfer bei a) 15, b) 20 und c) 25 keV PE. d) Unkorrigierte Spektren von 150 nm Kupfer auf 200nm Aluminium auf massivem Kupfer, 150nm Kupfer auf massivem Aluminium und den Reinelementen Kupfer und Aluminium bei 20 keV Primärenergie. Aufgrund der Korrektur weisen die Spektren a)–c) bei niedrigen Energien ein wesentlich höheres Rauschen auf.

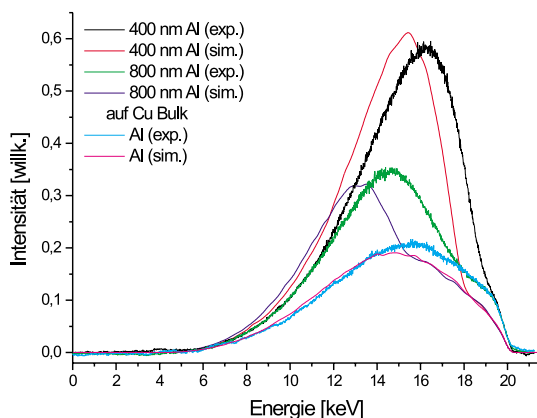


Abbildung 4.9: Gefaltete simulierte und unkorrigierte gemessene Spektren von 400 nm und 800 nm Aluminium auf massivem Kupfer und von reinem Aluminium bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV.

flussen. Bis zu  $E_2 = 18.0$  keV ist der Verlauf der beiden Spektren identisch, also bis Elektronen mehr als insgesamt 350 nm in das Objekt eingedrungen sind. Die entsprechende Monte-Carlo Simulation findet man in Kapitel 2.6.1. Diese Ergebnisse zeigen die in den Kapiteln 1 und 2 vorhergesagte eindeutige Korrelation zwischen der Energie und der Austrittstiefe der rückgestreuten Elektronen im SEM.

## 4.6 Überprüfung des Monte-Carlo Modells an Zwei- und Dreischichtsystemen

Für einen Vergleich mit den in Kapitel 2.6 Monte-Carlo simulierten Spektren wurden, wie in Kapitel 4.3 beschrieben, die unkorrigierten experimentellen Spektren mit den numerisch gefalteten simulierten Spektren verglichen. Abbildung 4.9 zeigt als Beispiel die simulierten und gemessenen Spektren von 400 nm und 800 nm Aluminium auf Kupfer bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV. Als weiteres Beispiel zeigt Abbildung 4.10 die simulierten und gemessenen Spektren der umgekehrten Schichtfolge, also 50 nm und 100 nm Kupfer auf Aluminium bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV. Abbildung 4.11 zeigt einen Vergleich der Spektren der experimentellen Dreifachschichtsysteme mit den Monte-Carlo simulierten Spektren.

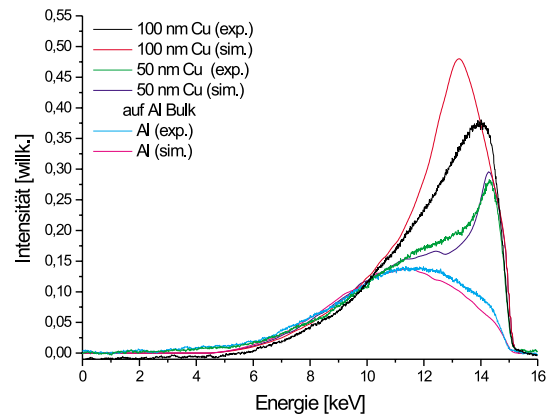


Abbildung 4.10: Gefaltete simulierte und unkorrigierte gemessene Spektren von 100 nm und 50 nm Kupfer auf massivem Aluminium und von reinem Aluminium bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV.

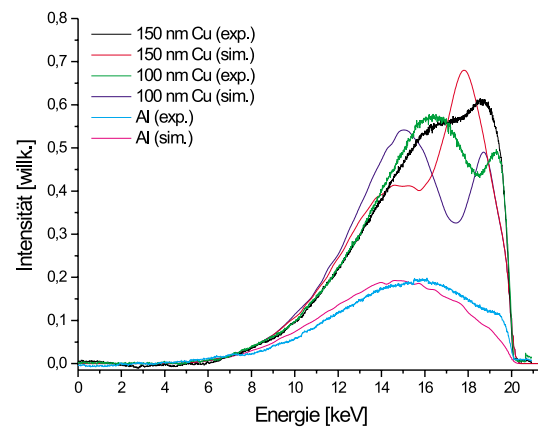


Abbildung 4.11: Gefaltete simulierte und unkorrigierte gemessene Spektren von 100 und 150 nm Kupferschichten auf 200 nm Aluminium auf massivem Kupfer und von reinem Aluminium bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV.

Es wurden die Spektren der 100 und 150 nm Kupferschichten, die sich über 200 nm Aluminium und massivem Kupfer befinden, aufgetragen. Die Beschleunigungsspannung ist 20 keV. Alle Abbildungen enthalten zusätzlich die Spektren des reinen Aluminiums. Die experimentellen Spektren wurden wiederum innerhalb einer Meßreihe mit einem konstanten Faktor skaliert. Es ist auch hier zu erkennen, daß der qualitative Verlauf und die Höhe der experimentellen Spektren gut von den simulierten Spektren wiedergegeben werden. Insbesondere stimmen die Spektren des reinen Aluminiums und das 50 nm Kupfer auf Aluminium Spektrum sehr gut mit den simulierten Spektren überein. Das zeigt, daß neben den leichten Reinelementen auch die simulierten Spektren von Zweischichtsystemen, wenn sie im Mittel eine geringe Ordnungszahl haben, gut von der Monte-Carlo Simulation wiedergegeben werden. Jedoch sind die Energien  $E_1$  und insbesondere  $E_2$ , bei denen Abweichungen der Spektrenverläufe zu finden sind, in den experimentellen Spektren immer bei höheren BSE-Energien zu finden als in den simulierten Spektren. Das ist ebenfalls durch das Energie-*Straggling* zu erklären. Die Elektronenenergie schwankt statistisch um den Mittelwert  $E_m$ . Es gelangen also auch Elektronen mit geringerem Energieverlust als in der Simulation in die gleichen Tiefen des Objektes und kommen daher mit einer höheren (Rest-)Energie aus dem Objekt zurück. Daher sind die mit dem toroidalen Sektorfeld-Spektrometer in dieser Arbeit experimentell ermittelten Energien  $E_1$  und  $E_2$ , die für die analytische Bestimmung der Schichtdicken nach den in Kapitel 1.4.1 beschriebenen Methoden benötigt werden, systematisch kleiner als die simulierten Werte in den Tabellen 2.1 und 2.2. Die aus den gemessenen Energien berechneten Schichtdicken mit Hilfe der Modelle von Bethe nach Gleichung (1.37), Thomson und Widdington bzw. Kanaya und Okayama nach Gleichung (1.47) stimmen daher *nicht* zufriedenstellend mit den realen Schichtdicken überein.

Rau *et al.* [59] schlagen daher zur Anwendung der Meßmethoden vor, die Wendepunkte innerhalb der Spektrenverläufe als Energien  $E_1$  bzw.  $E_2$  heranzuziehen, da Spektren der Reinelemente keine Wendepunkte aufweisen. Dadurch wird die Verschiebung der Spektren zu höheren Energien kompensiert, und es können die Schichtdicken von Aluminium und Kupfer mit den Modellen von Thomson und Widdington bzw. Kanaya und Okayama mit einer Genauigkeit von bis zu 10% bestimmt werden. Die aus dem Bethe-Modell gewonnene Idee der tiefenselektiven Abbildung mittels energiegefilterter BSE-Abbildung ist durch die Ungenauigkeit der *Continuous Slowing Down Approximation* nur in Bezug auf die quantitative Analyse der Abbildungstiefe ungenau. Sie ist jedoch, wie in Kapitel 5 gezeigt wird, im Grundsatz

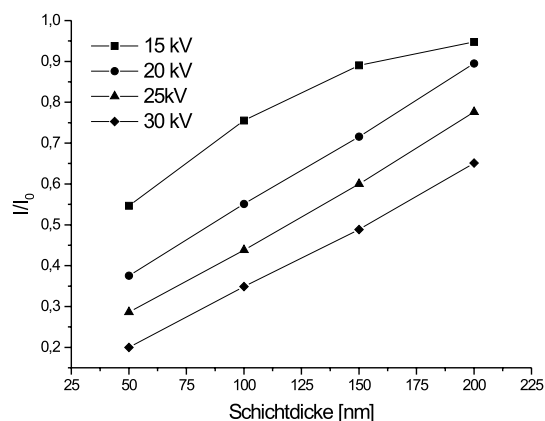


Abbildung 4.12: Normierte Peakhöhen der Kupferschichten für Primärenergien von 15, 20, 25 und 30 keV.

richtig.

## 4.7 Schichtdickenmeßmethode mittels Eichung

Die Spektren von Zweischichtsystemen, bei denen die zu vermessende Deckschicht eine höhere Ordnungszahl als das Trägermaterial hat, zeichnen sich durch einen mit zunehmender Schichtdicke wachsenden Peak aus (siehe Kapitel 4.4). Schlichting *et al.* [80] schlagen zur quantitativen Schichtdickenbestimmung mittels Rückstreuелеktronenspektren die Messung dieser Peakhöhe vor. Bei dünnen Schichten ist die Höhe dieser Peaks proportional zur Schichtdicke, wobei die Wichtung der Spektren mit der Energie nach Gleichung (3.15) vernachlässigt wird. In Abbildung 4.12 wurden die Peakhöhen aus den unkorrigierten experimentellen Kupfer-auf-Aluminium-Spektren aus Abbildung 4.7 zur Bildung von Eichkurven für Primärenergien von 15, 20, 25 und 30 keV gegen die Schichtdicke aufgetragen. Die Peakhöhen wurden auf die Höhe des reinen Kupfer-Spektrums normiert. Man erkennt den linearen Zusammenhang zwischen der Peakhöhe und der Schichtdicke für Primärenergien von 20 bis 30 keV bis zu einer Dicke von 200 nm Kupfer. Da bei 15 keV Beschleunigungsspannung die 200 nm dicke Kupferschicht schon annähernd als massives Material anzusehen ist (siehe auch Abbildung 4.7 a)), erkennt man Abweichungen von der Linearität der Eichkurve, was auch als Sättigung bezeichnet wird [80]. Mit Hilfe von solchen Eich-

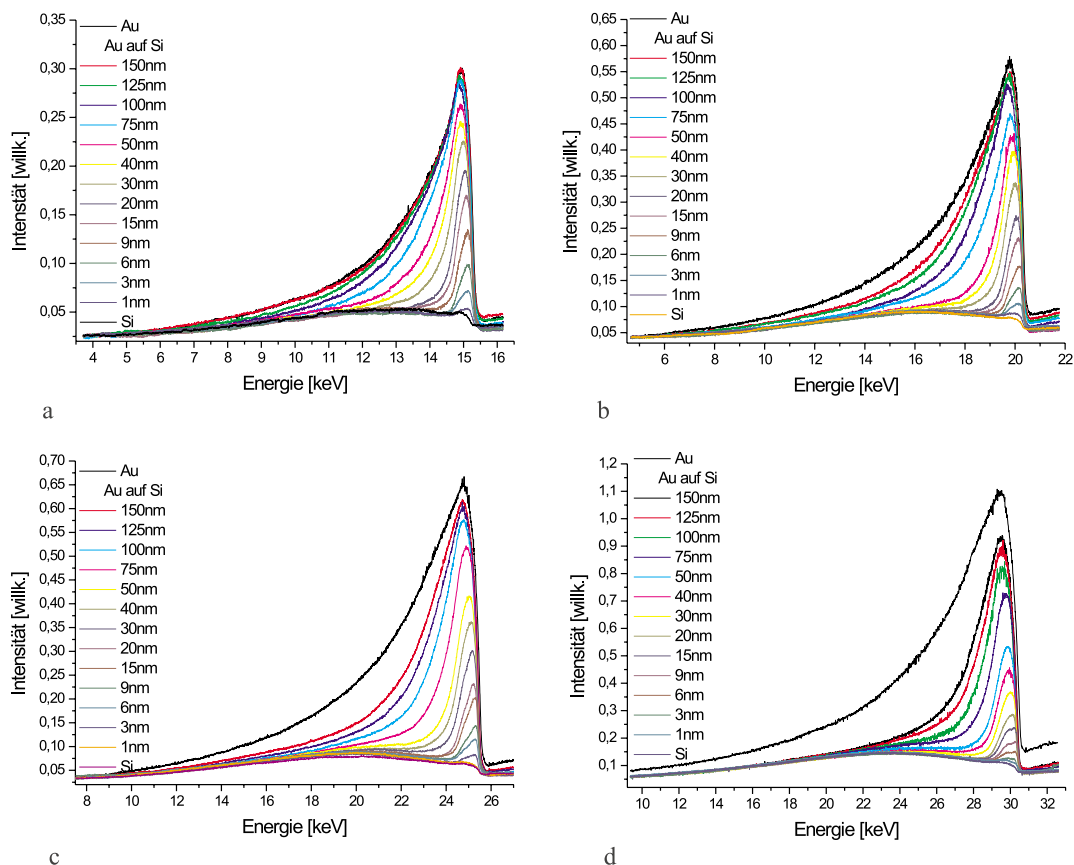


Abbildung 4.13: Spektren der Goldschichten auf Siliziumträger für Primärenergien von 15, 20, 25 und 30 keV.

kurven kann durch Messung der Peakhöhe einer unbekanntes Zweischicht-Probe die Dicke der Deckschicht bestimmt werden.

Um die Genauigkeit dieser Meßmethode abschätzen zu können, wurden dünne Goldschichten auf Siliziumträger aufgedampft. Die aufgezeichneten Spektren der Schichtsysteme sind in Abbildung 4.13 a)–d) für Beschleunigungsspannungen zwischen 15 und 30 kV abgebildet. Auch hier erkennt man deutlich die mit zunehmender Schichtdicke anwachsenden Gold-Peaks. Die relativen Peakhöhen sind in Abbildung 4.14 a) aufgetragen. Man erkennt deutlich die Proportionalität zwischen Peakhöhe und Schichtdicke bis zu einer Sättigungsschichtdicke, die aufgrund der Veränderung der Austrittstiefen der BSE von der Beschleunigungsspannung abhängt. Die Sättigungsschichtdicke beträgt für 15 keV PE etwa 10 nm, für 20 keV PE 15 nm, für 25 keV PE



20 nm und für 30 keV PE 75 nm. Bei jeweils höheren Schichtdicken ist das Signal nicht mehr linear. In Abbildung 4.14 b), in der nur die Schichtdicken bis 15 nm aufgetragen sind, erkennt man, daß die Signaländerung pro Nanometer Schichtdicke, und somit die Genauigkeit der Schichtdickenbestimmung, mit sinkender Beschleunigungsspannung zunimmt. Bei einer PE von 15 keV liegt die Meßgenauigkeit bei unter einem Nanometer. Bei einer weiteren Verringerung der Beschleunigungsspannung ist aufgrund der geringer werdenden Austrittstiefe der BSE und der wachsenden absoluten Auflösung des Spektrometers mit einer Genauigkeit deutlich unter einem Nanometer zu rechnen.

Bei höheren Schichtdicken wird bei dieser Meßmethode jedoch schnell die Sättigung erreicht, und das Signal wird nichtlinear. Daher wurde von den unkorrigierten Spektren über den gesamten Energiebereich das Integral bestimmt und auf die Höhe des Integrals von reinem Gold normiert. Abbildung 4.14 c) zeigt die relativen Höhen der Integrale in Abhängigkeit von der Schichtdicke. Man erkennt, daß wesentlich höhere Schichtdicken bei der Bestimmung des integralen Signals lineare Meßwerte liefern als bei der Bestimmung der Peakhöhen. So ist die Sättigungsschichtdicke für 15 keV PE nun 50 nm, für 20 keV PE 125 nm und für 25 bzw. 30 keV PE mehr als 150 nm. Die Bestimmung des Integrals des Zweischichtsystems zur Messung der Schichtdicke ist also bei dickeren Schichten besser geeignet als die Messung der Peakhöhe. An der stärkeren Schwankung der integralen Meßwerte bei dünnen Schichten ist zu erkennen, daß die Meßgenauigkeit aufgrund des hohen Untergrundsignals durch das Siliziumträgermaterial für die Bestimmung dünner Deckschichten schlechter ist, als bei der Messung der Peakhöhe.

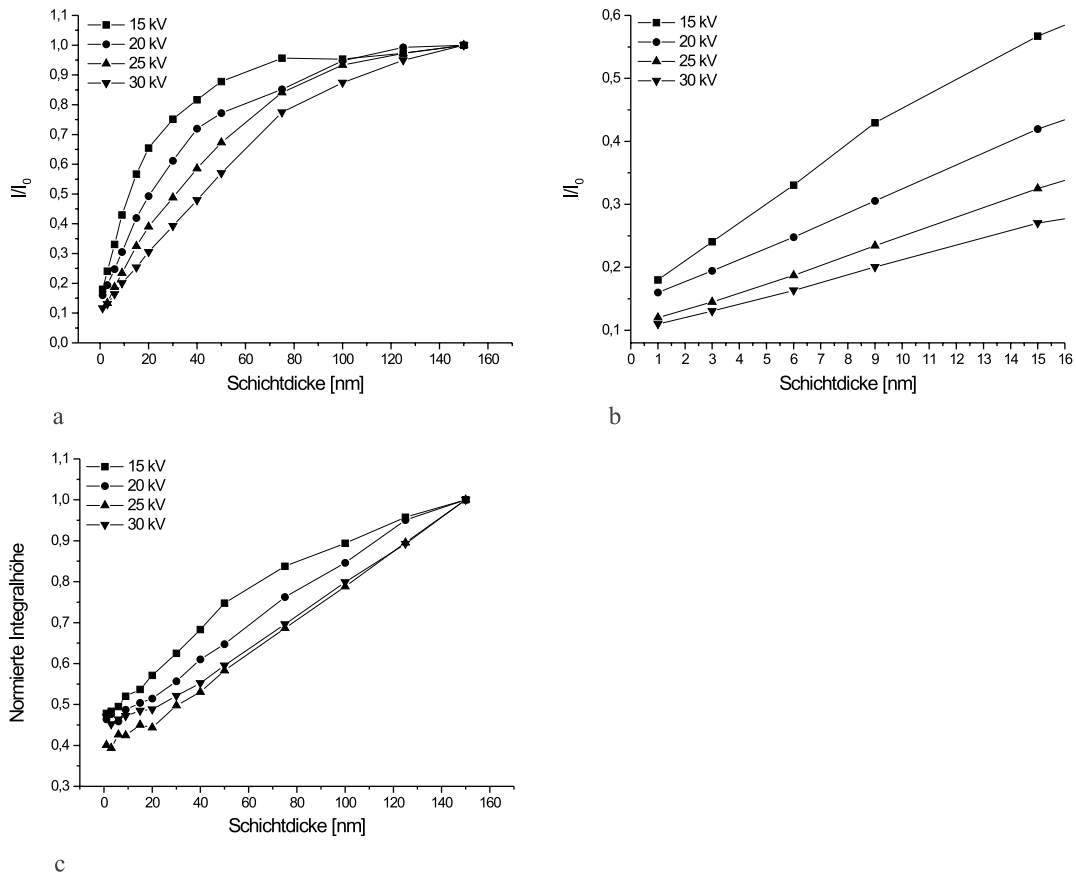


Abbildung 4.14: a) und b) normierte Peakhöhen und c) normierte Höhe der Integrale über die Spektren der Goldschichten auf Silizium bei 15, 20, 25 und 30 keV.

## Kapitel 5

# Energiegefilterte BSE-Abbildung

Wie die Ergebnisse der Monte-Carlo Simulationen in Kapitel 2 und die Analyse der Rückstreuelektronenspektren in Kapitel 4 zeigen, eröffnet die Selektion der zur Abbildung herangezogenen BSE nach ihrer Energie die Möglichkeit, je nach Energieverlust der BSE, Informationen aus verschiedenen Tiefen und somit über die einzelnen Lagen von Mehrschichtsystemen zu erhalten. Dieses wird nun an verschiedenen Präparaten experimentell gezeigt.

Aufgrund der speziellen Geometrie des in Kapitel 3 beschriebenen Spektrometers mit einem Eintrittswinkel von  $20^\circ$  trägt hauptsächlich der Materialkontrast zur Abbildung bei. Topographische Kontraste sind aufgrund der symmetrischen Detektion der BSE weitgehend unterdrückt. Zur Aufnahme einer Abbildung mittels energiegefilterter Rückstreuelektronen bei vorgegebener Beschleunigungsspannung wird das Ausgangssignal des Spektrometers zur Bildentstehung herangezogen. An dem Spektrometer wird das Elektrodenpotential so eingestellt, daß das Energiefenster die gewünschte feste Lage im Spektrum hat. Zum genauen Verständnis der energiegefilterten Abbildungen werden ebenfalls Spektren einzelner Probenstellen und eine Sekundärelektronenabbildung der Probe aufgezeichnet. Jede energiegefilterte Abbildung wurde mit  $768 \times 576$  Pixel und 2.1 Minuten Aufnahmezeit gemacht. Der Strahlstrom betrug jeweils ca. 1 nA. Um ein möglichst hohes Signal zu erhalten, wurde die 1.5 mm Eintrittsblende am Spektrometer verwendet.

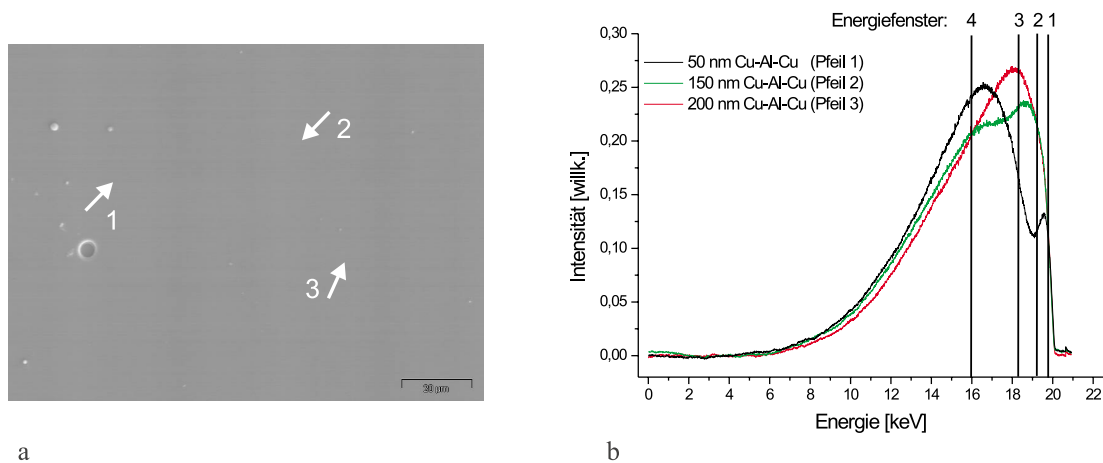


Abbildung 5.1: a) Sekundärelektronenabbildung und b) Spektren der 3 Kupfer-Aluminium-Kupfer Schichtfolgen bei 20 keV Primärenergie.

## 5.1 Modellpräparate

Als erstes wurden drei Dreischichtsysteme aus Kapitel 4.5, bestehend aus Kupfer, Aluminium und wiederum Kupfer, untersucht. In Abbildung 5.1 a) ist die SE-Abbildung des Objektes bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV zu sehen. Da die Rückstreukoeffizienten der verschiedenen Systeme annähernd gleich sind, sind im SE-Bild nur eine homogene Fläche zu erkennen. Die drei Schichtfolgen, die auf einem Siliziumträger nebeneinander präpariert sind, sind durch Pfeile markiert. Es ergeben sich drei mögliche Schichtfolgen:

1. 50 nm Kupfer - 200 nm Aluminium - massives Kupfer (Pfeil 1)
2. 150 nm Kupfer - 200 nm Aluminium - massives Kupfer (Pfeil 2)
3. 200 nm Kupfer - 200 nm Aluminium - massives Kupfer (Pfeil 3)

Als erstes wird die zur Abbildung aller Schichten optimale Primärenergie bestimmt. Die Abbildungen 4.8 a)–c) zeigen die Spektren der markierten Probenstellen bei einer Beschleunigungsspannung von jeweils 15, 20 und 25 keV. Man erkennt in Abbildung 4.8 a), daß bei 15 keV PE der Einfluß der 200 nm Aluminium-Schicht im Spektrum der Schichtfolgen mit 150 und 200 nm Deckschicht nicht deutlich sichtbar wird. Der größte Anteil der Wechselwirkungen findet aufgrund der geringen Austrittstiefen der BSE bei 15 keV PE in der obersten Schicht statt. Abbildung 4.8

c) zeigt, daß bei 25 kV Beschleunigungsspannung die meisten Elektronen aus dem massiven Kupfer zurückgestreut werden, so daß die Änderungen im Spektrenverlauf der zu untersuchenden Schichten bei geringen Energien zusammengestaucht sind. Bei 20 keV PE sind die Spektren der einzelnen Schichtfolgen deutlich voneinander getrennt zu erkennen, wie in Abbildung 4.8 b) zeigt.

In Abbildung 5.1 b) sind die Spektren, die an den drei markierten Probenstellen aus Abbildung 5.1 a) bei der gewählten Primärenergie von 20 keV aufgezeichnet wurden, nochmals dargestellt. Ebenfalls sind die Lagen der vier Energiefenster eingezeichnet, die für die Aufnahme der energiegefilterten BSE-Abbildungen 5.2 a)–d) am Spektrometer eingestellt wurden. Die Schnittpunkte der Fenster mit den Spektren zeigen die Höhe der Signale in der Abbildung. Man erkennt die Übereinstimmung aller drei Spektren bis zu einer Energie von 19.7 keV, was bedeutet, daß alle drei Signale aus der obersten Kupferschicht stammen. Entsprechend ist in Abbildung 5.2 a) bei einer BSE-Energie von 19.8 keV in Energiefenster 1 nur die homogene Oberfläche des Kupfers zu erkennen. Der weitere Spektrenverlauf der 150 und 200 nm Kupferschichten unterscheidet sich erst unterhalb von 19.0 keV. Im Energiefenster 2 bei 19.2 keV sind daher zwei Signale zu trennen. In Abbildung 5.2 b) sind entsprechend das Aluminium unter der 50 nm Kupfer-Schicht und die zwei dicken Kupfer-Deckschichten zu unterscheiden. In Energiefenster 3 bei 18.3 keV sind drei Signale zu trennen. Das massive Kupfer von Schichtfolge 1, die 200 nm Aluminium-Schicht von Schichtfolge 2 und die Kupfer-Deckschicht von Schichtfolge 3. Dies zeigt auch Abbildung 5.2 c), wo das massive Kupfer im Bild links am dunkelsten und die Kupfer-Deckschicht rechts am hellsten erscheint. Im Bild oben ist mit mittlerer Intensität das Aluminium von Schichtfolge 2 zu erkennen. Bei 16.0 keV (Energiefenster 4) ist das Signal des massiven Kupfers von Schichtfolge 1 am höchsten, wie im Spektrenverlauf in Abbildung 5.1 b) zu erkennen ist. Die Signale aus dem massiven Kupfer von den Schichtfolgen 2 und 3 sind nicht mehr zu trennen. Abbildung 5.2 d) zeigt entsprechend Schichtfolge 1 am hellsten, während die Schichtfolgen 2 und 3 nicht einzeln zu erkennen sind.

Die einzelnen Schichten in jeder Schichtfolge können also getrennt in den Abbildungen dargestellt werden. Die Abbildungen 5.2 a)–d) zeigen somit an einem Modellpräparat experimentell die Möglichkeiten der tiefenselektiven Abbildung von Schichtsystemen durch die Energiefilterung der Rückstreuelektronen mittels eines toroidalen Sektorfeld-Spektrometers.

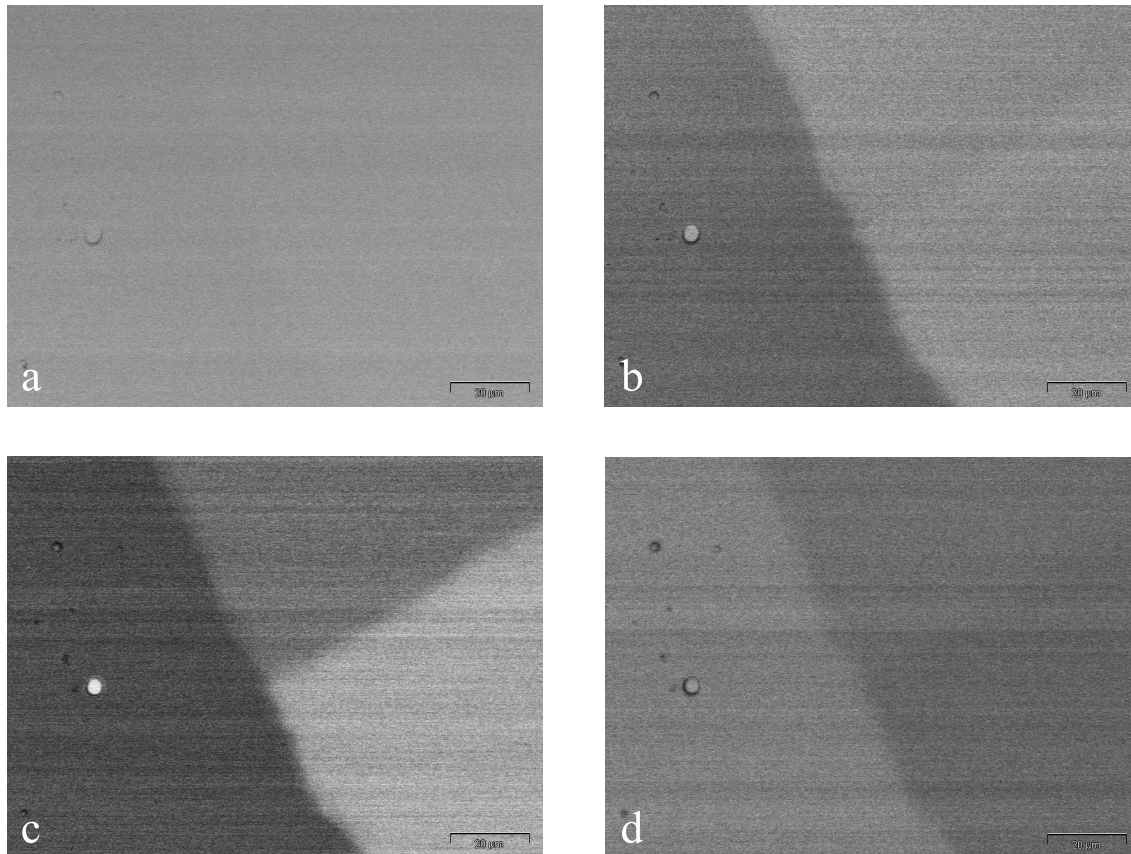


Abbildung 5.2: Energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildungen bei a) 19.8, b) 19.2, c) 18.3 und d) 16.0 keV mit 20 keV Primärenergie.

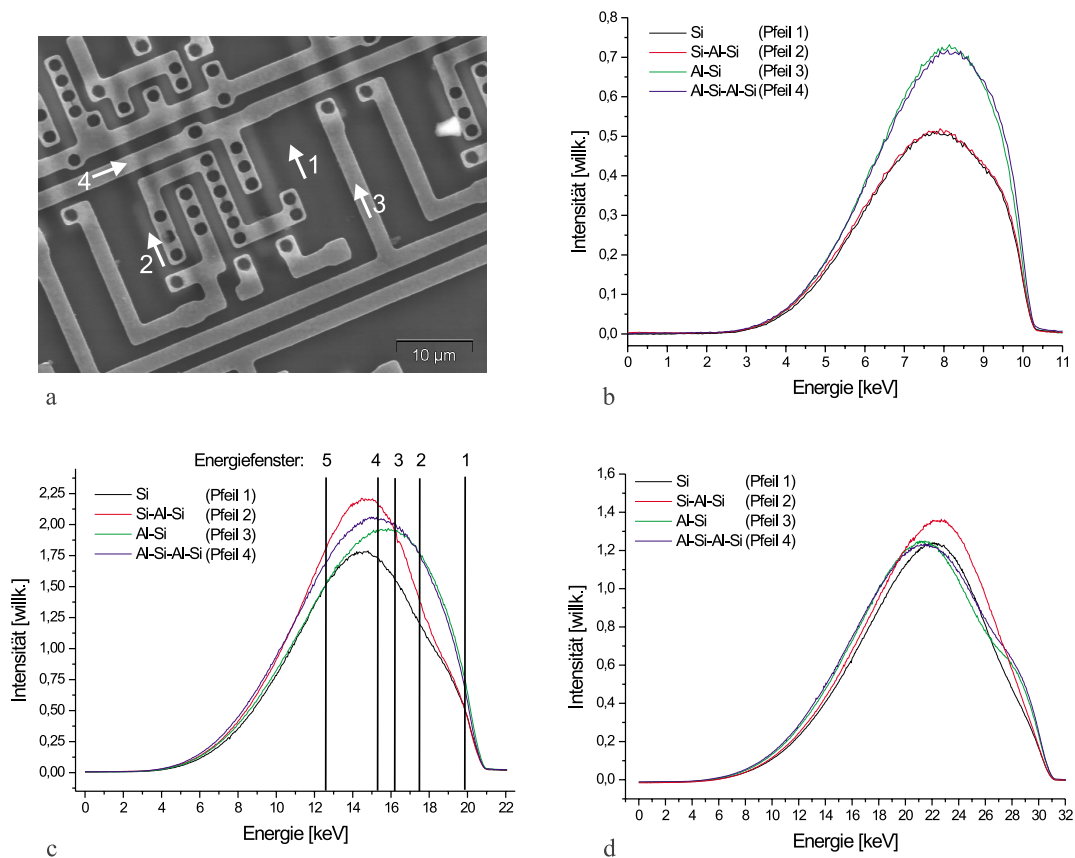


Abbildung 5.3: a) Sekundärelektronenabbildung bei 20 keV Primärelektronenenergie. Spektren der vier markierten Probenstellen bei b) 10, c) 20 und d) 30 keV Primärenergie.

## 5.2 Halbleiter

Zur Erprobung der energiegefilterten BSE-Abbildung an einem praktischen Objekt, wurde ein handelsüblicher, bestückter Siliziumwafer untersucht. In Abbildung 5.3 a) ist die SE-Abbildung des Wafers bei einer Beschleunigungsspannung von 20 keV zu sehen. Zu erkennen ist das Wafermaterial aus Silizium und Leiterbahnen aus Aluminium<sup>1</sup>, die auf dem Silizium aufgebracht sind. Darüber hinaus erkennt man durch die SE2, daß weitere Leiterbahnen unter der Oberfläche des Siliziums verlaufen. Damit ergeben sich vier mögliche Schichtfolgen:

1. Reines Silizium (Pfeil 1)

<sup>1</sup>Die chemische Zusammensetzung des Wafers wurde mittels einer EDX-Analyse bestimmt.

2. Silizium - Aluminium - Silizium (Pfeil 2)
3. Aluminium - Silizium (Pfeil 3)
4. Aluminium - Silizium - Aluminium - Silizium (Pfeil 4)

Als erstes wurde wiederum die optimale Primärenergie bestimmt. Die Abbildungen 5.3 b) bis d) zeigen die Spektren der markierten Probenstellen bei Primärenergien von 10, 20 und 30 keV. In Abbildung 5.3 b) ist zu erkennen, daß die Spektren vom reinen Silizium und der Schichtfolge Si-Al-Si identisch sind, also die maximale Austrittstiefe der BSE bei 10 keV PE zu gering ist, um die Leiterbahn aus Aluminium unter dem Silizium zu erreichen. Gleiches gilt für die Spektren des Aluminium mit darunter befindlichem Silizium, auf die das darunter liegende Aluminium keinen Einfluß hat. Abbildung 5.3 d) zeigt, daß die Austrittstiefen bei 30 keV zu groß sind, so daß die zu untersuchenden Strukturen im Spektrum bei geringen Energieverlusten zusammengestaucht sind. Wie in Abbildung 5.3 c) zu erkennen ist, ist bei 20 kV Beschleunigungsspannung für jede Schichtfolge ein Spektrum getrennt zu erkennen. Dort sieht man die Übereinstimmung der Energieverteilung des reinen Siliziums und des Siliziums oberhalb der verborgenen Leiterbahn zwischen 19 keV und 20 keV. Bei höheren Energieverlusten des roten Spektrums erhöht sich die Zahl der rückgestreuten Elektronen aufgrund der verborgenen Aluminium-Leiterbahn. Die Spektren der aufgebrauchten Leiterbahnen sind zwischen 20 keV und 17 keV identisch. Folgt in der Schichtfolge auf die Leiterbahn nur Silizium, so gleicht sich das Spektrum dem des Siliziums wieder an (grünes Spektrum). Im Fall Al-Si-Al-Si (blaues Spektrum) erhöht sich unterhalb von 17 keV weiterhin die Rückstreuung aufgrund der verborgenen Leiterbahn, erreicht aber nicht die Intensität des roten Spektrums, da die oben liegende Leiterbahn das Signal aus der Tiefe verringert.

In Abbildung 5.3 c) sind die Positionen der nun in das Spektrum gelegten Fenster zur energiegefilterten BSE-Abbildung markiert. Abbildung 5.4 a) zeigt eine energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildung der gleichen Probenstelle wie Abbildung 5.3 a) mit einem Energiefenster bei 19.8 keV Rückstreuelektronenenergie. Man erkennt im wesentlichen nur das reine Silizium (dunkel) und die aufgebrauchten Aluminium-Leiterbahnen (hell). Aufgrund der Energiefilterung der BSE ist das Signal der tieferen Schichten nicht vorhanden. Das Energiefenster bei 19.8 keV in Abbildung 5.3 c) schneidet entsprechend nur zwei unterscheidbare Signale.

Abbildung 5.4 b) zeigt die Rückstreuelektronenabbildung mit einem Energiefenster



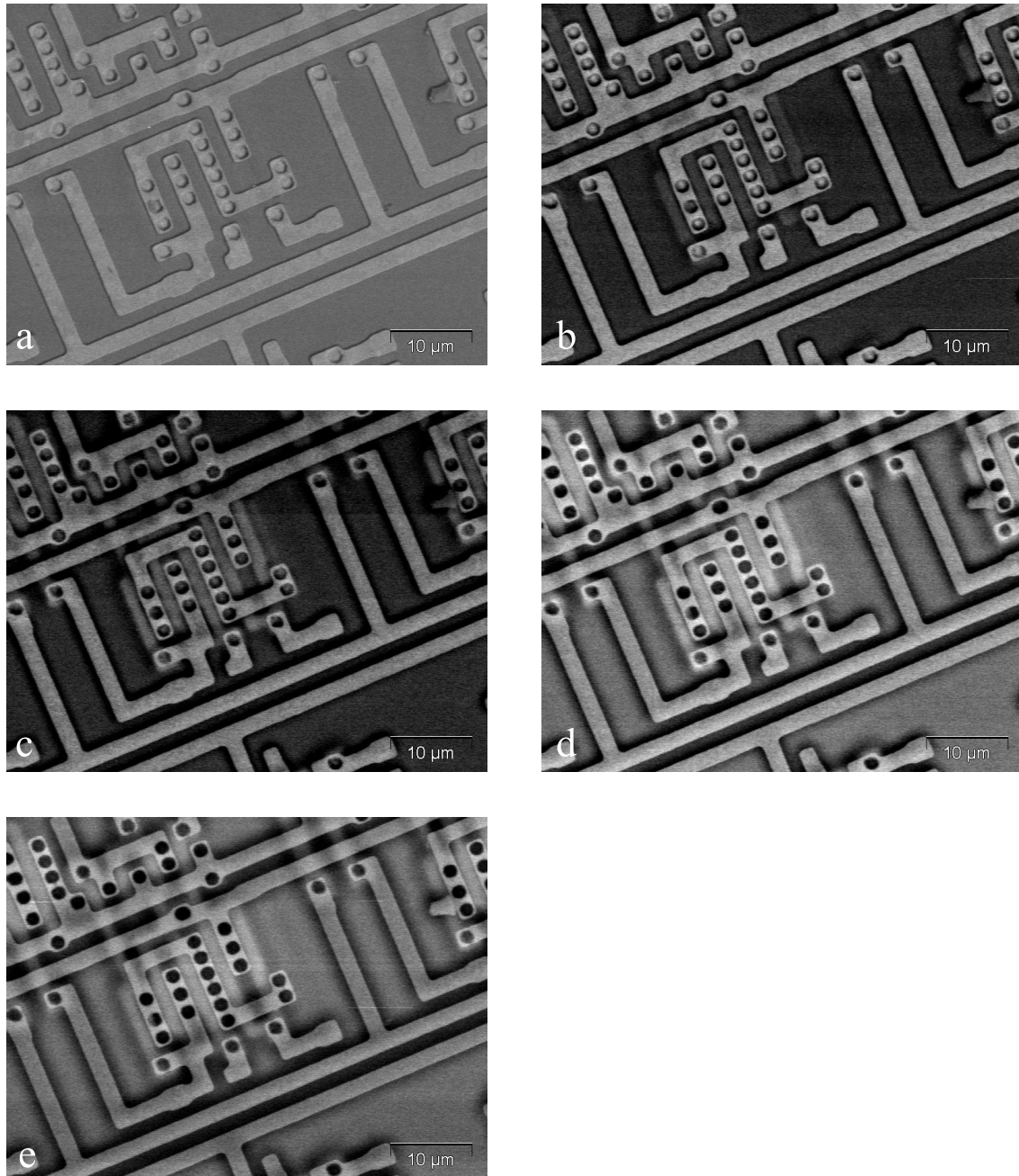


Abbildung 5.4: Energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildung bei a) 19.8, b) 17.5, c) 16.2, d) 15.2 und 12.6 keV mit 20 keV Primärenergie.

bei 17.5 keV BSE-Energie. Man erkennt drei Intensitäten: das reine Silizium, die aufgebrauchten Leiterbahnen und die verborgenen Leiterbahnen. Entsprechend schneidet die 17.5 keV Linie in Abbildung 5.3 drei unterscheidbare Signale. Durch die Energiefilterung werden nun die unter einer Silizium Deckschicht verborgenen Aluminium-Leiterbahnen sichtbar.

Man erkennt in Abbildung 5.4 c), die mit einem Energiefenster bei 16.2 keV aufgezeichnet wurde, wiederum nur zwei klar unterscheidbare Intensitäten: das reine Silizium ist dunkel abgebildet, die aufgebrauchten Leiterbahnen und die verborgenen Leiterbahnen haben jedoch annähernd die gleiche Intensität im Bild. Die dazugehörige Linie in Abbildung 5.3 b) schneidet entsprechend nur zwei klar unterscheidbare Signale. Der Kontrast der verborgenen Leiterbahn wird jedoch stärker.

In Abbildung 5.4 d) erkennt man nun vier Signale. Die verborgenen Leiterbahnen haben die höchste Intensität. Als zweites sind die unter einer aufgebrauchten Leiterbahn verlaufenden Leiterbahnen zu erkennen. Darüber hinaus erkennt man die aufgebrauchten Leiterbahnen und mit niedrigster Intensität das reine Silizium. Die 15.2 keV Linie in Abbildung 5.3 b) schneidet entsprechend alle vier Signale. Durch die geeignete Wahl des Energiefensters können also alle vier markanten Signale getrennt dargestellt werden, wobei die verborgenen Strukturen die höchsten Intensitäten aufweisen.

Abbildung 5.4 e) zeigt ein BSE-Bild mit 12.6 keV Rückstreuelektronenenergie. Die verborgenen Leiterbahnen haben wiederum die höchste Intensität. Die unter einer aufgebrauchten Leiterbahn verlaufenden Leiterbahnen haben ein ähnlich hohes Signal. Die aufgebrauchten Leiterbahnen haben die gleiche Intensität wie das reine Silizium. Die dazugehörige Linie in Abbildung 5.3 b) schneidet entsprechend drei Intensitäten.

Diese Untersuchungen zeigen eindrucksvoll die Möglichkeiten der tiefenselektiven Abbildung, auch bei Materialien, die praktische Anwendung finden und sich nur um eine Ordnungszahl unterscheiden.

Jedoch tritt wie in den Bildern zuvor ein weiterer Effekt auf, der die aufgebrauchten Leiterbahnen gegen das Silizium deutlich abgrenzen. Mit zunehmender Eindringtiefe und somit höherem Energieverlust der BSE wird auch die laterale Ausbreitung der BSE größer. Dieses wurde in Kapitel 2.7 mit Hilfe der Monte-Carlo Methode gezeigt. Das bedeutet, daß Primärelektronen, die nahe einer Leiterbahn in das Silizium eindringen, mit zunehmender Weglänge und steigendem Energieverlust auch unter die Leiterbahn diffundieren und diese dann nur mit weiterem Energieverlust

oder gar nicht mehr durchdringen können. Daher nimmt das Signal des Siliziums am Rand jeder Leiterbahn ab. Je höher der Energieverlust ist, desto breiter wird dieser Bereich. Daher findet man in den Abbildungen 5.4 a) bis 5.4 d) einen breiter werdenden dunklen Saum am Rande jeder Leiterbahn. Dieser Effekt bildet die Grundlage zur quantitativen Vermessung der lateralen Ausdehnung der Diffusionswolke der rückgestreuten Elektronen. Diese kann in diesem Fall in Abhängigkeit von der Primärenergie und dem Energieverlust bestimmt werden [1].

# Kapitel 6

## Spezielle Anwendungen

Die Abbildung mittels energiegefilterter Rückstreuielektronen und die Spektroskopie der rückgestreuten Elektronen erlauben eine Vielzahl weiterer Abbildungs- und Analysemöglichkeiten. Dabei hat einerseits die abbildende Energiefilterung einen direkten Einfluß auf die entstehenden Kontraste im Bild, andererseits haben spezielle Eigenschaften des Objektes Einfluß auf die BSE-Spektren. Einige dieser Anwendungen der Energiefilterung im Rasterelektronenmikroskop werden in diesem Kapitel vorgestellt.

### 6.1 Diffusionskontrast

Der Kontrast in einer BSE-Abbildung resultiert aus der Faltung der Objektstruktur mit der sich durch den Scanvorgang durch das Objekt bewegend Diffusionswolke. Dabei ist die Form der Diffusionswolke von der Primärenergie und der Ordnungszahl des Objektes abhängig, während die Struktur und die Topographie das Objekt kennzeichnen. Die Breite des Diffusionskontrastes erstreckt sich daher über die Ausdehnung der Diffusionswolke von der Größenordnung der Elektronenreichweite nach Gleichung (1.14). Der Diffusionskontrast tritt immer dann mehr oder weniger stark auf, wenn innerhalb der Abmessung der Diffusionswolke ein Oberflächenelement nicht mehr als eben anzusehen ist [67]. Wells *et al.* [88, 89] und Postek *et al.* [56] zeigten experimentell die Möglichkeit der *Low-Loss*-gefilterten Abbildung mit rückgestreuten Elektronen. Bei solch einer Abbildung mit Rückstreuielektronen, die nur einen geringen Teil ihrer Energie verloren haben, wurden Elektronen mit höherem Energieverlust durch Gegenfeld-Filter aus dem Spektrum ausgeblendet.

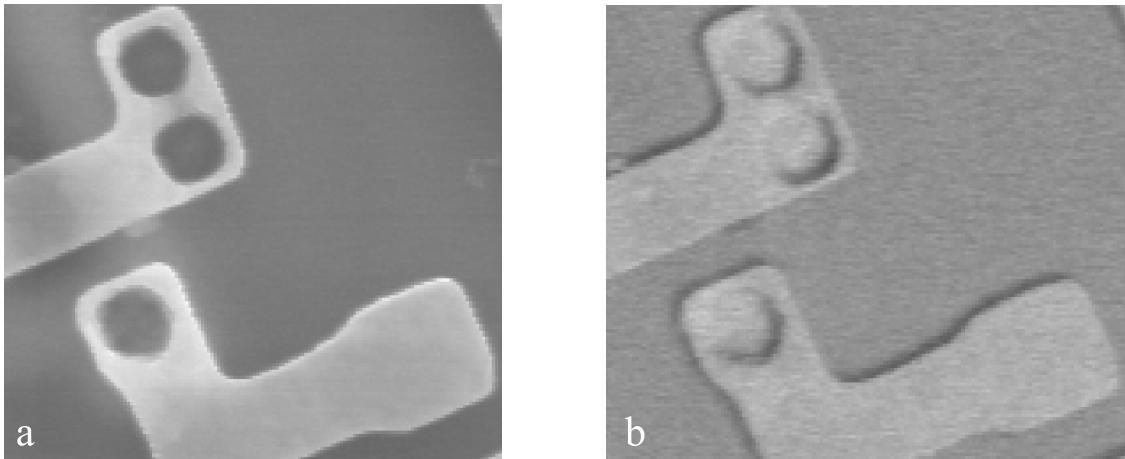


Abbildung 6.1: a) Sekundärelektronenabbildung und b) 19.8 keV energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildung bei 20 keV Primärenergie. Es handelt sich um Ausschnittsvergrößerungen der Abbildungen 5.3 a) und 5.4 a).

Da das Elektrodenpotential an dem toroidalen Sektorfeld-Spektrometer ebenfalls so eingestellt werden kann, daß hauptsächlich die elastisch reflektierten Elektronen zur Abbildung beitragen, können auch hier *Low-Loss*-gefilterte Abbildungen erzeugt werden. Dabei tragen Elektronen mit größerer Eindringtiefe nicht zur Abbildung bei. Dadurch wird das „effektive Wechselwirkungsvolumen“, also das Volumen des Objektes, das zur Abbildung beiträgt, auf Bereiche nahe der Oberfläche reduziert. Diese Reduzierung konnte auch mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation in Kapitel 2.7 gezeigt werden. Somit kommt es zu einer Unterdrückung des Diffusionskontrastes. Dadurch wird bei der Abbildung mit rückgestreuten Elektronen eine Verbesserung der Auflösung erzielt (siehe Kapitel 6.2) und eine Erhöhung (siehe Kapitel 6.3.1) beziehungsweise eine Linearisierung (siehe Kapitel 6.3.2) des Materialkontrastes erreicht.

Die Unterdrückung des Diffusionskontrastes wird in den Abbildungen 6.1 a) und b) deutlich. In Abbildung 6.1 a) erkennt man einerseits deutlich die Erhöhung des Signals am Rand der Leiterbahnen durch den Kanteneffekt [66]. Andererseits ist das Signal am Ende der Leiterbahnen stark erhöht, da die Struktur aufgrund der Größe der Diffusionswolke komplett durchstrahlt wird. Abbildung 6.1 b) zeigt deutlich, daß durch die *Low-Loss*-Filterung beide Effekte unterdrückt werden. Man erkennt ebenfalls die Schattenbildung am Rand der Leiterbahn, da der BSE-Szintillationsdetektor asymmetrisch aufgebaut ist (siehe Kapitel 3.1).

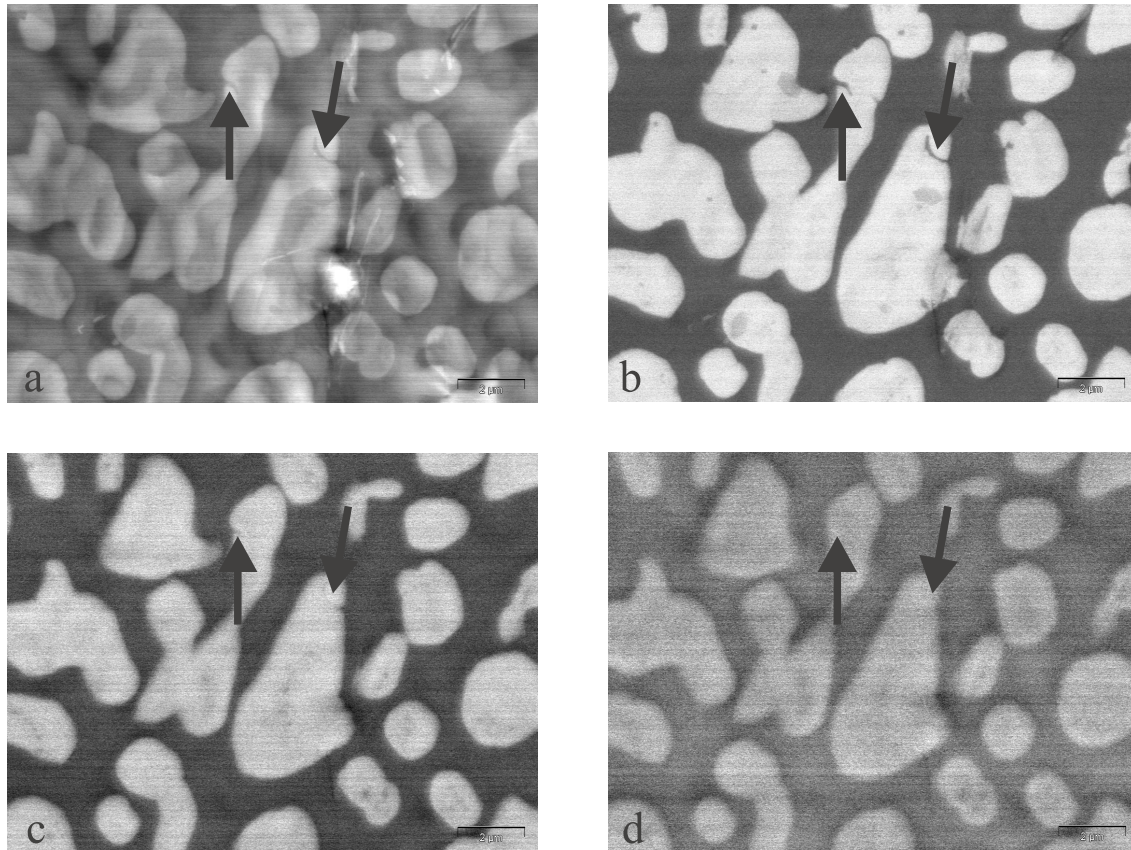


Abbildung 6.2: Materialkontrast eines Zinn-Blei Eutektikums mit a) Sekundärelektronen und bei b) 19.5, c) 18.4 und d) 16.9 keV energiegefilterte Rückstreuelektronen mit 20 keV Primärenergie.

## 6.2 Hochauflösende BSE-Abbildung

In den Abbildungen 6.2 a)–d) werden eine Sekundärelektronenabbildung und verschiedene energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildungen eines Zinn-Blei Eutektikums bei 20 keV Primärenergie gegenübergestellt. In der SE-Abbildung 6.2 a) sind verschiedene Strukturen im Objekt durch Pfeile markiert, die eine Größenordnung von ca. 100 nm haben und im SE-Bild gerade noch aufgelöst werden können. Abbildung 6.2 b) zeigt die energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildung bei einer BSE-Energie von 19.5 keV. Die Aufnahmebedingungen wurden ansonsten nicht verän-

dert. Deutlich ist ein erhöhter Kontrast und eine schärfere Abbildung der markierten Strukturen zu erkennen, da durch die *Low-Loss*-Filterung das „effektive Wechselwirkungsvolumen“ reduziert wird (siehe Kapitel 6.1).

Werden nur Elektronen mit höherem Energieverlust zur Abbildung herangezogen, wird mit Elektronen abgebildet, die vorzugsweise aus größeren Tiefen mit einer größeren lateralen Ausbreitung stammen. Dies wurde in Kapitel 2.7 auch durch Monte-Carlo Simulation gezeigt. Das hat zur Folge, daß die Auflösung dieser Abbildungen immer geringer wird. Dies wird in der Abbildung 6.2 c) bei einer BSE-Energie von 18.4 keV und Abbildung 6.2 d) bei einer BSE Energie von 16.9 keV nun auch experimentell gezeigt. Die markierten Strukturen sind bei zunehmendem Energieverlust der BSE mit schlechterer Auflösung nicht mehr zu trennen. Darüber hinaus verschlechtern diese Rückstreuelektronen durch die Erzeugung von SE2 auch die Auflösung im Sekundärelektronenbild (Abbildung 6.2 a)).

Abbildung 6.2 b) zeigt also deutlich die Verbesserung der Auflösung durch die *Low-Loss*-Filterung der Rückstreuelektronen im SEM.

## 6.3 Quantitative Bestimmung des Materialkontrastes

Sind in einer Abbildung zwei Signale  $S_1$  und  $S_2$  präsent, so ist der Kontrast zwischen diesen Signalen definiert als

$$C = \frac{S_1 - S_2}{S_1} \quad \text{mit} \quad S_1 > S_2. \quad (6.1)$$

### 6.3.1 Monte-Carlo Simulation der Kontraste in Abhängigkeit von der Strukturgröße

Zur quantitativen Bestimmung der Kontraste in einer BSE-Abbildung wurde der Programmteil BSELINE des Programmpakets MOCASIM verwendet. Dazu wurden Zinn-Blei-Zinn und Blei-Zinn-Blei Strukturen mit variabler Breite, wie in Abbildung 6.3 gezeigt, als Datenfiles erzeugt. Die äußeren Wände wurden jeweils als unendlich dick angenommen. Die Anzahl der Trajektorien beträgt 1 Millionen. In jeder Simulation wurden sowohl vom Blei als auch vom Zinn vier verschiedene Signale bestimmt:

1. Der gesamte Rückstreukoeffizient  $\eta$ .
2. Die Signalhöhe bei Verwendung eines Top-Szintillationsdetektors mit einem Detektionswinkel zwischen  $15^\circ$  und  $25^\circ$ .

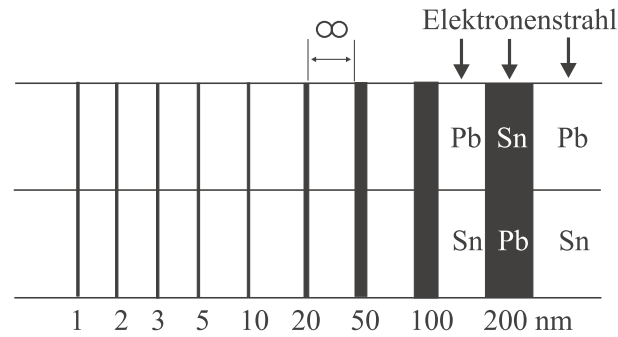


Abbildung 6.3: Schema der Objektstrukturen. Die Zwischenschichten sind in der Simulation unendlich dick. Die Pfeile markieren die Auftreffpunkte des Primärelektronenstrahls zur Bestimmung der Signalhöhe.

3. Die Signalhöhe bei Verwendung eines Top-Szintillationsdetektors mit einem Detektionswinkel zwischen  $15^\circ$  und  $25^\circ$  und zusätzlicher *Low-Loss*-Filterung mit 3% Auflösung. Dies entspricht der Verwendung des Spektrometers.
4. Der partielle Rückstreukoeffizient bei *Low-Loss*-Filterung mit 3% Auflösung.

Aus diesen Signalen wurden nach Gleichung (6.1) die einzelnen Kontraste bestimmt. Die Kontraste in Abhängigkeit von der Schichtbreite für die verschiedenen Beschleunigungsspannungen von jeweils 1, 2, 3, 5, 10 und 20 kV sind in den Abbildungen 6.4 bis 6.6 dargestellt. Abbildung 6.4 a) und b) zeigen die Kontraste für die Zinn-Blei-Zinn und Blei-Zinn-Blei Struktur bei der Detektion aller BSE. Man erkennt, daß die Kontraste für die verschiedenen Schichtbreiten und Beschleunigungsspannungen stark variieren. Allgemein sind die Kontraste bei geringen Beschleunigungsspannungen und kleinen Schichtbreiten am höchsten. Ab einer Schichtbreite, die der Ausdehnung der Diffusionswolke der BSE entspricht, bleibt  $C$  jedoch wegen des geringen Unterschieds der Rückstreukoeffizienten der reinen Elemente bei geringer PE (siehe Abbildung 1.5 a)) auf niedrigem Niveau konstant. Wegen des größten Unterschieds der Rückstreukoeffizienten sind die Kontraste bei 20 keV PE ab einer Schichtbreite von 100 nm mit ca. 0.3 am höchsten. Die unterschiedlichen Kontraste beim Vergleich der Zinn-Blei-Zinn mit den Blei-Zinn-Blei Kontrasten resultieren aus der Faltung der für Blei und Zinn unterschiedlich großen Diffusionswolken mit dem Objekt.

In Abbildung 6.5 a) und b) ist zu erkennen, daß durch die Verwendung eines Top-Szintillationsdetektors die Kontraste insbesondere bei niedriger PE höher sind, als bei der Messung aller BSE. Da sich der Verlauf eines Spektrums durch Winkelselek-



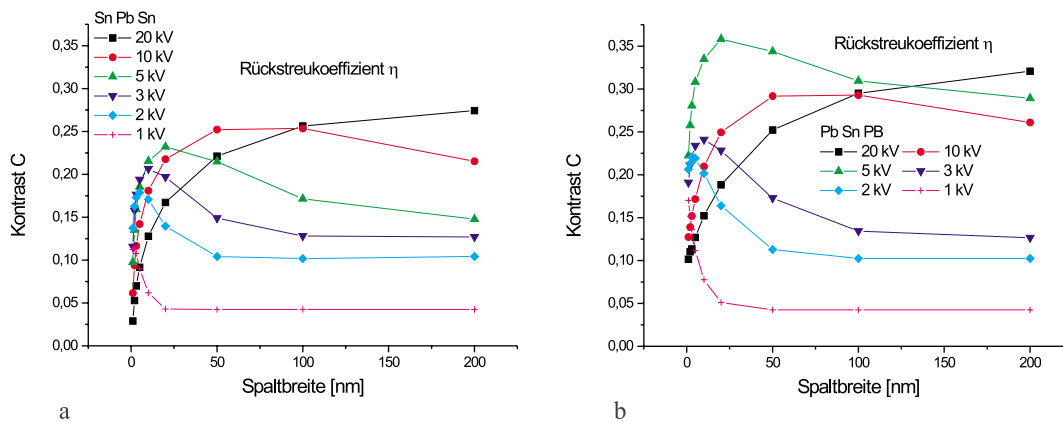


Abbildung 6.4: Kontraste der a) Zinn-Blei-Zinn und b) Blei-Zinn-Blei Struktur in Abhängigkeit von der Schichtbreite für verschiedene PE bei der Detektion aller BSE.

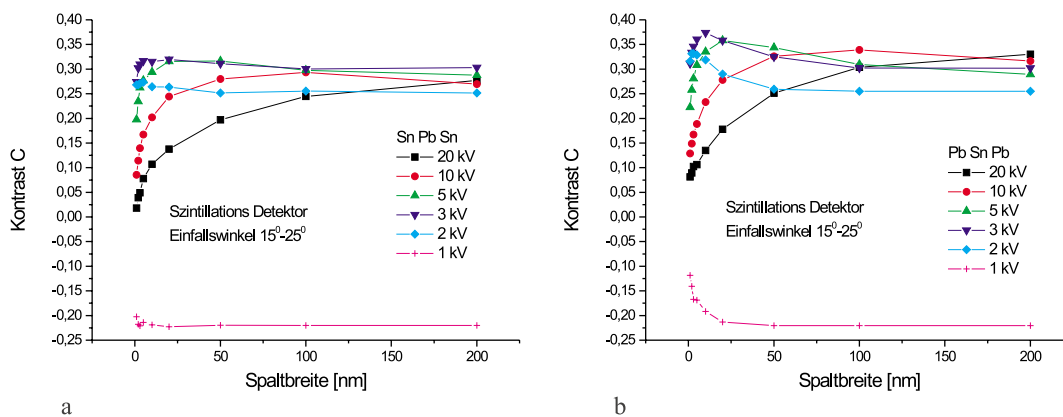


Abbildung 6.5: Kontraste der a) Zinn-Blei-Zinn und b) Blei-Zinn-Blei Struktur in Abhängigkeit von der Schichtbreite für verschiedene PE bei der Detektion mit Winkelselektion und Szintillationsdetektor.

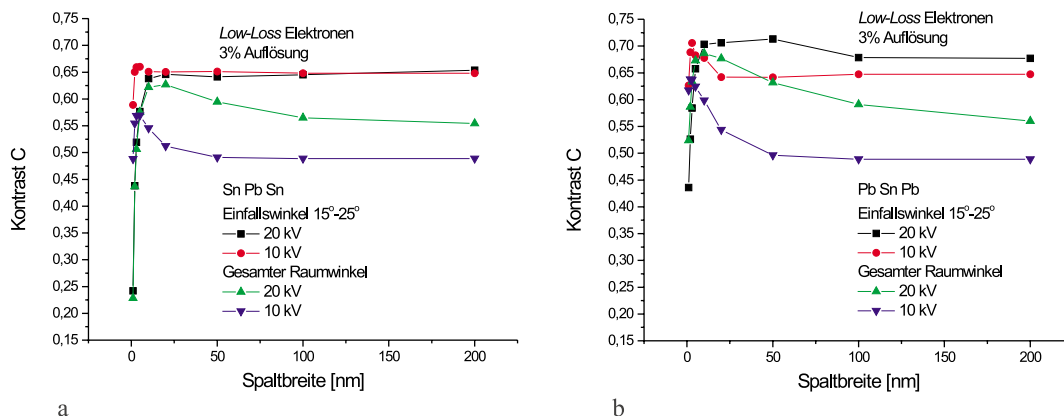


Abbildung 6.6: Kontraste der a) Zinn-Blei-Zinn und b) Blei-Zinn-Blei Struktur in Abhängigkeit von der Schichtbreite für verschiedene PE bei *Low-Loss*-Filterung mit und ohne Winkelselektion.

tion nur geringfügig ändert (siehe Abbildung 2.9), hat die Energieabhängigkeit des Szintillationsdetektors keinen Einfluß auf den Kontrast. Dieses wurde auch in einer vergleichenden Simulation bestätigt. Die Erhöhung liegt an der Winkelselektion der BSE, da schwere Elemente bei niedriger Primärenergie eine stärkere Abweichung von der Lambert'schen Kosinus-Verteilung zeigen, als leichte (siehe Anhang A). Daher wird vom schweren Element mit höherer Intensität in kleine Austrittswinkel zurückgestreut, und der Kontrast erhöht sich. Ab einer Schichtbreite von mehr als 50 nm liegen alle Kontraste zwischen 0,20 und 0,35. Bei 1 keV PE kommt es aufgrund der starken Abweichung von der Lambert'schen Kosinus-Verteilung sogar zur Kontrastumkehr (siehe Abbildung A.1 b)).

Zuletzt wurde eine *Low-Loss*-Filterung der BSE vorgenommen, das heißt, es werden nur Elektronen mit einer Energie zwischen  $E_0$  und  $0,97 \cdot E_0$  registriert. Die Abbildungen 6.6 a) und b) zeigen, daß dadurch bei allen Primärenergien eine weitere deutliche Kontrasterhöhung auftritt und der Kontrast bei einer festen PE bei den verschiedenen Schichtbreiten weniger stark variiert. So liegt  $C$  bei der Bestimmung der partiellen Rückstreuoeffizienten ohne Winkelselektion bei *Low-Loss*-Filterung mit 3% Auflösung zwischen 0,5 und 0,6. Bei der Verwendung des winkelselektierenden Szintillators und der *Low-Loss*-Filterung sind die Kontraste jedoch am höchsten. Bei 10 kV Primärenergie liegen diese Kontraste bei allen Schichtbreiten nahezu konstant bei 0,65. Dieses zeigt, daß mit Hilfe der *Low-Loss*-Filterung der BSE der höchsten

Materialkontrast im SEM zu erzielen ist.

Monte-Carlo Untersuchungen zu den Kontrasten zwischen Schichtsystemen aus AlAs und GaAs bei verschiedenen Primärenergien und unterschiedlichen Energiefilterungen sind bei Merli *et al.* [49] zu finden.

In diesen Monte-Carlo Simulationen ist ebenfalls zu sehen, daß eine Verringerung des „effektiven Wechselwirkungsvolumens“ auch durch die Verwendung niedriger Beschleunigungsspannungen im Low Voltage Rasterelektronenmikroskop (LVSEM) erreicht wird [64]. Dieses liegt an der Energieabhängigkeit der Reichweite der Elektronen nach Gleichung (1.14). In den Abbildungen 6.4 und 6.5 ist zu erkennen, daß dadurch bei den Strukturen bis 5 nm die Kontraste bei den Beschleunigungsspannungen 2, 3 und 5 kV höher sind als bei 10 bzw. 20 kV PE. Allerdings sind die Kontraste bei der Verwendung von 10 bzw. 20 kV PE und einer Energiefilterung der BSE mit 3% Energieauflösung doppelt so hoch, wie im LVSEM.

### 6.3.2 Experimentelle Messung der Kontraste in Abhängigkeit von der Ordnungszahl bei *Low-Loss*-Filterung der BSE

Die Kontraste zwischen den verschiedenen Elementen bei der Messung der Rückstreuerelektronen sind nach den Abbildungen 4.4 a) und b), die die simulierten und gemessenen Rückstreuoeffizienten für Primärenergien von 20 und 30 kV zeigen, nicht linear. Die *Low-Loss*-Filterung der BSE führt jedoch zu einer Linearisierung des Materialkontrastes in einer Abbildung proportional zur Ordnungszahl  $Z$ . Das Signal der *Low-Loss*-Elektronen ergibt sich aus dem Produkt des elastischen Streuquerschnitts nach Gleichung (1.2)  $\sigma_{el} \propto Z^2/E^2$  und der Zahl an Atomen pro Flächeneinheit  $N_L \Delta x/A$ . Die Austrittstiefe  $\Delta x \propto AE\Delta E_m/Z$  läßt sich mit Hilfe des Bremsvermögens  $S = |\Delta E_m/\Delta x| \propto Z/AE$  nach Gleichung (1.10) abschätzen. Daraus läßt sich das Signal der *Low-Loss*-Elektronen (LLE) zu

$$S_{LLE} \propto \sigma_{el} \frac{\Delta x}{A} \propto Z \cdot \frac{\Delta E_m}{E} \quad (6.2)$$

abschätzen [66]. Der Kontrast ist proportional zu  $Z$ . Zur quantitativen Bestimmung der Kontraste bei der Anwendung der *Low-Loss*-Filterung der BSE mit Hilfe des Spektrometers wurden die Messungen aus Abbildung 4.1 b) herangezogen. In Abbildung 6.7 sind die Kontraste, die aus den Intensitäten der Spektren bei 30 keV BSE-Energie bestimmt wurden, gegen die Ordnungszahl  $Z$  aufgetragen. Deutlich ist der nun lineare Zusammenhang zwischen gemessenem Signal und der Ordnungszahl

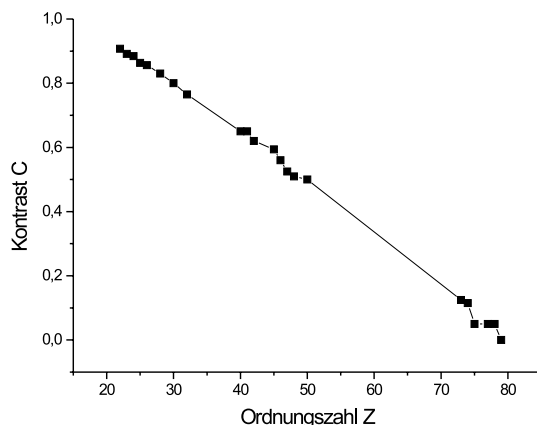


Abbildung 6.7: Linearisierung des Materialkontrastes durch *Low-Loss*-Filterung der BSE bei 30 keV Primärenergie.

zu erkennen.

## 6.4 Kristallorientierungskontrast

Der Rückstreukoeffizient  $\eta$  kristalliner Objekte hängt von der Richtung des einfallenden Elektronenstrahls zu den Netzebenen bzw. Zonenachsen ab. Rastert der Elektronenstrahl bei hoher Vergrößerung über eine kleine polykristalline Fläche, so ist der Einfallswinkel des Strahls als konstant anzusehen. Bei polierten Oberflächen stammen somit auftretende Kontraste von Kristallen unterschiedlicher Orientierung [55]. Da die zum Kristallorientierungskontrast beitragenden Wechselwirkungen nur in den ersten Atomlagen des Kristalls stattfinden [66], ist das Signal der BSE, die aus tieferen Schichten stammen, ein reines Untergrundsignal. Dieses wird bei der herkömmlichen Abbildung des Kristallorientierungskontrastes durch Subtraktion des *Blacklevels* unterdrückt. Die Energiefilterung ermöglicht eine Steigerung des Kristallorientierungskontrastes, da durch eine *Low-Loss*-Filterung der BSE das gesamte Untergrundsignal nicht zur Abbildung beiträgt. Abbildung 6.8 a) zeigt den mit Hilfe des Spektrometers *Low-Loss*-gefilterten Kristallorientierungskontrast für polykristallines Gold, das während eines Aufdampfprozesses entstanden ist. Die Primärenergie beträgt 20 keV. Deutlich sind die einzelnen Kristalle und Korngrenzen zu erkennen. Zur eindeutigen Identifikation dieser Form des Kontrastes wurde das Objekt um  $5^\circ$

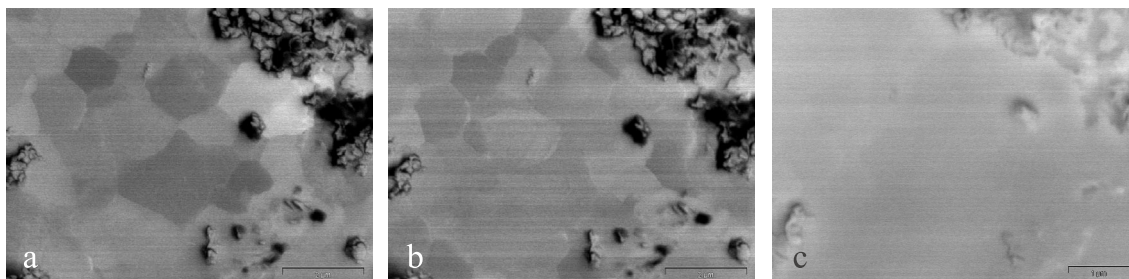


Abbildung 6.8: Kristallorientierungskontrast mit 20 keV PE. a) und b) *Low-Loss*-gefilterte BSE-Abbildung, b) 5° gekippt, c) BSE-Abbildung bei 18 keV BSE Energie

gekippt, um die Kristallorientierung relativ zum Strahl zu verändern. In Abbildung 6.8 b) ist deutlich die Kontrastumkehr einiger Kristalle zu erkennen. Um zu zeigen, daß tatsächlich nur oberflächennahe Schichten zum Kontrast beitragen, wurden in Abbildung 6.8 c) nur BSE mit 18 keV Rückstreuenergie zur Abbildung verwendet. Der Kristallorientierungskontrast ist vollständig verschwunden, da die BSE mit 2 keV Energieverlust aus tieferen Schichten des Goldes stammen. Dies ist ein direkter Beweis dafür, daß die zur Kontrastentstehung beitragenden Prozesse nur nahe der Oberfläche stattfinden.

Zur quantitativen Bestimmung des Kontrastes wurden von amorphem Gold und jeweils einem hellen und einem dunklen Kristall ein Spektrum gemacht. Abbildung 6.9 a) zeigt die unkorrigierten Spektren. Man erkennt, daß das Signal des amorphen Goldes zwischen dem der Kristalle liegt. Ebenfalls wird deutlich, daß unterhalb einer Energie von 18 keV die Spektrenverläufe identisch sind, d.h. keine Kontraste mehr auftreten. Der Kontrast zwischen dem hellen und dem dunklen Kristall wurde anhand der Signalhöhe im Energiefenster zu  $C = 0.12$  bestimmt.

Wird das Spektrum nach Gleichung (3.15) mit der Energie  $1/E$  korrigiert, erhält man das Spektrum des Signals in einem Szintillationsdetektor (siehe Abbildung 6.9 b)). Das Integral über dieses Spektrum ist das Signal dieses Detektors. Somit kann der Kontrast bei der Verwendung eines herkömmlichen Top-Szintillationsdetektors zu  $C = 0.08$  bestimmt werden.

Wird das Spektrum nach Gleichung (3.15) mit  $1/(E - E_{th})$  korrigiert (siehe Abbildung 6.9 c)), kann aus dem Integral über dieses Spektrum ein zum Rückstreukoeffizienten proportionaler Faktor  $\Delta\eta$  bestimmt werden (siehe Kapitel 4.2). Der aus diesen Rückstreukoeffizienten bestimmte Kontrast beträgt  $C = 0.06$ . Dieser Kon-

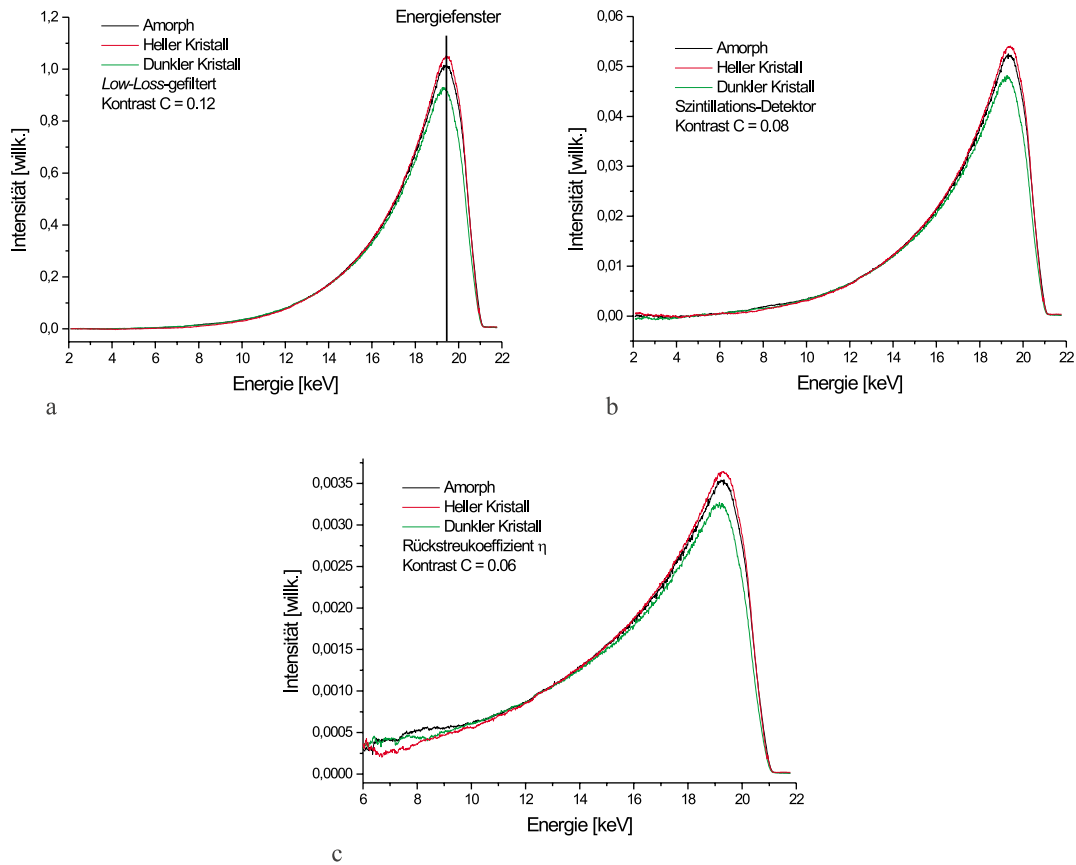


Abbildung 6.9: a) unkorrigierte und b) korrigierte Spektren des amorphen Goldes und zweier Goldkristalle bei 20 keV Primärenergie

trast stimmt hervorragend mit dem von Reimer [66] bestimmten Wert für Gold bei 20 keV überein.

Durch den Einsatz der Energiefilterung kann der Kontrast bei der Abbildung von Kristallen also von 0.06 bei der Messung des Rückstreukoeffizienten auf 0.12 verdoppelt werden.

## 6.5 Spektren von Isolatoren

Mit Hilfe der BSE-Spektroskopie von Nichtleitern ist es möglich, die Höhe der Aufladung an der Oberfläche des Objektes zu bestimmen [36]. Ist ein nichtleitendes Objekt nach Kapitel 1.3.3 mit einer Spannung  $-U_s$  negativ aufgeladen, ist einerseits die Energie der Primärelektronen um  $eU_s$  reduziert, die Landeenergie ist also  $E_L = E_2 = E_0 - eU_s$  (Gleichung (1.17)). Andererseits werden Sekundär- und Rückstreuelektronen aufgrund des Potentialunterschieds zwischen der Oberfläche ( $-U_s$ ) und der Umgebung (0 V) mit der zusätzlichen Energie  $eU_s$  beschleunigt. Ein Spektrum der Rückstreuelektronen eines aufgeladenen Objektes mit der Primärenergie  $E_0$  beinhaltet also das Elektronenspektrum mit der Landeenergie  $E_L$ , ist jedoch um  $eU_s$  zu höheren Energien verschoben. Daher beinhaltet das Spektrum den Peak der Sekundärelektronen bei der Energie  $eU_s$ . Aus der Position des Sekundärelektronenpeaks im Spektrum kann also die Höhe einer Aufladung und somit auch  $E_2$  bestimmt werden.

Abbildung 6.10 zeigt die Spektren von Teflon und Polystyrol bei 20 keV Primärenergie und 1 nA Strahlstrom. Deutlich sind die unterschiedlichen Verschiebungen der Spektren zu erkennen. Die aus der Position des SE-Peaks bestimmte Aufladung des Teflons beträgt 18.7 kV. Damit beträgt der Wert von  $E_2 = 1.3$  keV. Da die ursprüngliche Energiebreite der Sekundärelektronen nur ca. 20 eV beträgt, kann der Strahl der Sekundärelektronen im Vergleich zur Auflösung des Spektrometers als monoenergetisch angenommen werden. Daher kann aus der Breite des SE-Peaks die Auflösung des Spektrometers bestimmt werden. Die volle Breite des halben Maximums des Sekundärelektronenpeaks beträgt ca. 450 eV bei 18.7 keV. Dies entspricht einer Auflösung des Spektrometers von 2.4%, was der in den Kapitel 3.4 und 3.6 bestimmten Auflösung entspricht. Das Polystyrol lädt sich so stark auf, daß die SE und BSE nicht mehr zu trennen sind. Der Strahl wird jedoch nicht direkt reflektiert. Dies kann dadurch erklärt werden, daß die Breite dieses Peaks 800 eV beträgt. Aufgrund der relativen Auflösung von 2.4% dürfte ein komplett reflektierter, also

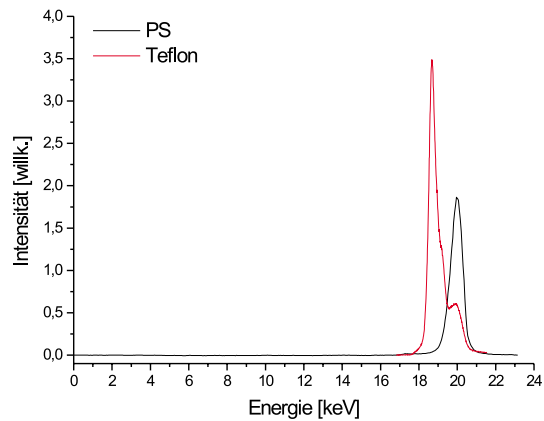


Abbildung 6.10: Spektren von Teflon und Polystyrol bei 20 keV Primärenergie.

monoenergetischer Peak aber nur 480 eV breit sein. Die Gleichgewichtsenergie  $E_2$  des Polystyrols liegt also in der Größenordnung von wenigen hundert Elektronenvolt.

Belhaj *et al.* [7] haben mit dieser Methode der Aufladungsbestimmung gezeigt, daß die Bestimmung von Oberflächenpotentialen mit Hilfe der Verschiebung des *cut-offs* der Bremsstrahlung im EDX-Spektrum [6, 39] zu falschen Ergebnissen führt. Zur Bestimmung von hohen Oberflächenpotentialen ist die Spektroskopie von SE und BSE also das geeignete Mittel.

Deutlich erkennt man in Abbildung 6.10 auch den Einfluß der Transmissionsfunktion des Spektrometers auf die Spektren. Daran, daß bei den Spektren der aufgeladenen Proben absolut keine Nebenpeaks auftreten, ist die Güte der Transmissionsfunktion zu erkennen (siehe auch Kapitel 3.4 und 3.8).



# Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung eines neuen Abbildungs- und Analyseverfahrens für den Einsatz im Rasterelektronenmikroskop. Es basiert auf der Bandpaßenergiefilterung der Rückstreuelektronen mit Hilfe eines energiedispersiven toroidalen Sektorfeld-Spektrometers. Dieses ermöglichte neben der Aufnahme von Rückstreuelektronenspektren, die Abbildung mit Hilfe von Rückstreuelektronen, die bezüglich ihrer Energie bandpaßgefiltert sind. Dadurch wurde eine tiefenselektive Abbildung eines Objektes im SEM möglich, die zerstörungsfrei ist und eine laterale Auflösung in der Größenordnung von konventionellen BSE-Abbildungen liefert.

Die theoretische Grundlage ist die elastische Streuung und der kontinuierliche Energieverlust der Rückstreuelektronen auf ihrem Weg durch das Objekt. Durch die Untersuchung der Winkel-, Energie- und Austrittstiefenverteilungen der Rückstreuelektronen mit Hilfe von Monte-Carlo Simulationen konnte gezeigt werden, daß durch das Setzen entsprechender Energiefenster in das Spektrum der BSE selektiv einzelne Tiefen von Mehrschichtobjekten abgebildet werden können.

Zur technischen Realisierung eines toroidalen Spektrometers für den Einsatz in einem Hitachi S4000 SEM wurden mit Hilfe eines elektronenoptischen Simulationsprogramms die charakteristischen Parameter der Elektronenoptik bestimmt und das Spektrometer nach diesen Vorgaben gebaut. Die elektronenoptischen Eigenschaften wurden anschließend experimentell überprüft und bestätigt. Ebenfalls wurde das Detektorsystem, bestehend aus Szintillator und Photomultiplier, und eine rechnergestützte Meß- und Steuerungselektronik aufgebaut. Aufgrund der Intensitätsschwankungen der kalten Feldemissionskathode wurde dem Meßaufbau ebenfalls eine Stabilitätskorrektur zur Aufnahme von Spektren hinzugefügt. Durch den Einsatz von Sägezahn-Edelstahlelektroden konnte die Transmissionsfunktion so optimiert werden, daß darin keine Nebenpeaks mehr auftreten und somit die Auswirkungen der Faltung der aufgenommenen Spektren mit der Transmissionsfunktion minimiert werden. Durch die Optimierung der Elektronenoptik des Spektrometers wurde bei einer

Öffnungsbreite der Eintrittsblende von 1.5 mm eine relative Energieauflösung von 2% im standardmäßigen Betrieb erreicht. Diese konnte durch den Einsatz einer 0.2 mm Eintrittsblende auf 1% gesteigert werden. Der Einsatz der 1.5 mm Eintrittsblende ermöglicht die Detektion von ca. 8.2% aller rückgestreuten Elektronen, wodurch energiegefilterte BSE-Abbildungen mit niedrigem Rauschanteil möglich wurden.

Aufnahmen von Rückstreuelektronenspektren von massiven Reinelementen zeigten, daß bei Primärenergien zwischen 15–30 keV der Spektrenverlauf der auf  $E/E_0$  normierten Spektren im wesentlichen identisch ist. Dies ist äquivalent zur Konstanz der Rückstreukoeffizienten  $\eta$  als Funktion der Primärenergie, was mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation gezeigt wurde. Umfangreiche Aufnahmen von Rückstreuelektronenspektren von Mehrschichtobjekten zeigten, daß der Schichtaufbau eines Objektes eindeutig die Form des entsprechenden Spektrums bestimmt. Jede Ordnungszahländerung in zunehmender Tiefe des Objekts wird durch eine Änderung des Spektrenverlaufs bei einem zunehmenden Energieverlust der Rückstreuelektro-nen deutlich. Dabei können Materialien, die sich nur um eine Ordnungszahl unterscheiden, getrennt werden. Darüber hinaus ist mit Hilfe von Referenzspektren eine quantitative Bestimmung der Schichtdicke von Deckschichten auf einem Trägermaterial möglich. Dabei können Schichten von weniger als einem Nanometer Dicke nachgewiesen werden.

Der Vergleich der aufgenommenen experimentellen Spektren mit den entsprechenden Monte-Carlo simulierten Spektren zeigte eine unzureichende Genauigkeit der *Continuous Slowing Down Approximation*, die für die Bestimmung des Energieverlustes in der Simulation implementiert ist. Der Einsatz eines Modells, das das Energie-*Straggling* der Elektronen berücksichtigt, und somit diskreten Energieverlusten gerecht wird, sollte hierbei zu entsprechenden Verbesserungen im Ergebnis der Simulation in Bezug auf die Energieverteilung führen.

Die Aufnahmen von Modellpräparaten und einem Siliziumwafer zeigten die Möglichkeit der tiefenselektiven Abbildung von Schichtsystemen mittels eines toroidalen Sektorfeld-Spektrometers auch experimentell. So wurden Kupfer-Aluminium-Kupfer-Schichten selektiv in der Tiefe abgebildet. Darüber hinaus konnten Aluminium-Leiterbahnen auf der Oberfläche des Siliziums und innerhalb des Siliziums selektiv abgebildet werden. Diese Untersuchungen zeigen eindrucksvoll die Möglichkeiten der tiefenselektiven Abbildung, auch bei Materialien, die praktische Anwendung finden und sich nur um eine Ordnungszahl unterscheiden. Dies ermöglicht eine dreidimensionale Rekonstruktion von Strukturen, die Ausmaße in der Größenordnung der

Auflösung des SEM besitzen. Somit wird durch die energiegefilterte Rückstreuelektronenabbildung eine zerstörungs- und kontaktfreie „Mikrotomographie“ ermöglicht. Toroidale Sektorfeld-Spektrometer könnten somit zum Beispiel in der Halbleiterfertigung Einsatz finden, um einerseits die Dicke aufgebrachtter Schichten quantitativ zu bestimmen und andererseits eine zerstörungsfreie, tiefenselektive optische Qualitätskontrolle zu ermöglichen. Um die laterale Auflösung in den Abbildungen zu verbessern, ist eine Reduzierung des Arbeitsabstandes von momentan ca. 31 mm nötig. Dies wäre zum Beispiel durch die Integration des Spektrometers in den Polschuh des Mikroskops möglich.



# Anhang A

## Winkelverteilungen

In Kapitel 1.3.4 wurde die Winkelverteilung der Rückstreuelektronen  $d\eta/d\Omega$  bei Primärenergien  $> 5$  keV näherungsweise mit Hilfe des Lambert'schen Kosinus-Gesetzes beschrieben. Um diese Annahme zu überprüfen, wurde mit Hilfe der Monte-Carlo Simulation die Zahl der Rückstreuelektronen in Abhängigkeit vom Raumwinkel  $d\Omega$  bestimmt. Abbildung A.1 a) zeigt die entsprechenden Verteilungen für Aluminium, Kupfer, Silber und Gold bei senkrechtem Elektroneneinfall und 20 kV Primärenergie. Deutlich ist die Übereinstimmung der Winkelverteilung mit dem Kosinus-Gesetz, das in Polarkoordinaten nach Gleichung (1.20) einen Kreis mit dem Radius  $\frac{\eta}{\pi}$  darstellt, zu erkennen. In Abbildung A.1 b) sieht man bei 1 kV PE aufgrund der Mott-Streuung deutliche Abweichungen von einer Kosinus-Verteilung [84]. Zur genaueren Beurteilung einer Abweichung von der Kosinus-Verteilung werden in Abbildung A.2 die Raumwinkelverteilungen der Rückstreuelektronen der vier Reinelemente bei 1,

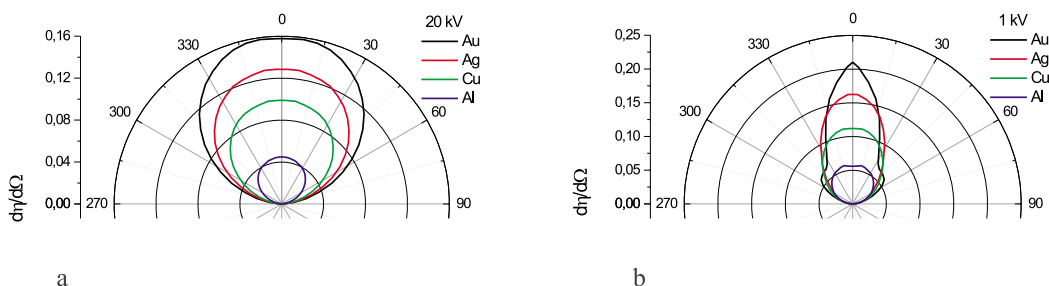


Abbildung A.1: Raumwinkelverteilung  $d\eta/d\Omega$  von vier Reinelementen bei a) 20 kV und b) 1 kV Beschleunigungsspannung und senkrechtem Elektroneneinfall in Polarkoordinaten.

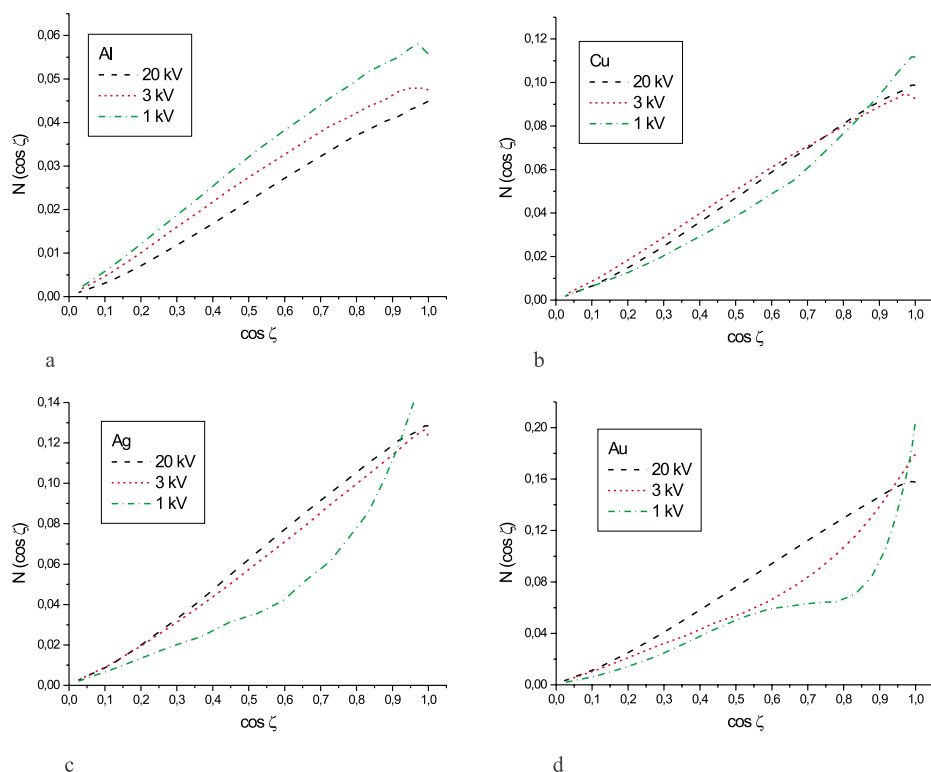


Abbildung A.2: Raumwinkelverteilung  $N(\cos \zeta)$ . Abweichungen von einer Geraden mit der Steigung  $\eta/\pi$  zeigen Abweichungen vom Lambert'schen Kosinus-Gesetz auf.

3 und 20 kV Beschleunigungsspannung als  $N(\cos \zeta)$  gegen  $\cos \zeta$  aufgetragen. Eine Gerade mit der Steigung  $m = \frac{\eta}{\pi}$  in der Abbildung entspricht einer idealen Kosinus-Verteilung, Abweichungen davon bedeuten auch Abweichungen vom Lambert-Gesetz. Man erkennt Abweichungen von einer Geraden insbesondere bei Gold und Silber mit abnehmendem Winkel  $\zeta$  bei kleinen Beschleunigungsspannungen, was einer erhöhten Rückwärtsstreuung in Streuwinkel  $\theta$  nahe  $180^\circ$  entspricht. Diese kann mit den ansteigenden differentiellen Mott-Querschnitten nahe  $180^\circ$  für schwere Elemente begründet werden (siehe Abbildung 1.1). Bei leichten Elementen ist die Abweichung von  $r(\theta) = 1$  auch bei Primärenergien unter 5 kV nur gering, weshalb auch die Abweichung von der Lambert-Verteilung nur gering ist. Bei Aluminium ist der ansteigende Rückstreukoeffizient  $\eta$  bei niedrigen Primärenergien anhand der größer werdenden Steigung zu erkennen.

# Anhang B

## Faltung

Jedes mit einem Spektrometer registrierte Spektrum ist mit der Transmissionsfunktion des Spektrometers gefaltet. Unter der Annahme einer in Höhe und Breite **konstanten** Transmissionsfunktion ist

$$S(V)^* = S_{ideal}(V) \otimes T(V), \quad (\text{B.1})$$

was im Folgenden als normale Faltung bezeichnet wird. Da die Spektren und die Transmissionsfunktionen als diskrete Datensätze gewonnen werden, kann Gleichung (B.1) umgeschrieben werden zu

$$S_i^* = \sum_{j=-m}^{+m} T_j \cdot S_{i+j} \bigg/ \sum_{j=-m}^{+m} T_j. \quad (\text{B.2})$$

Werden die Indizes auf die Energieskala transformiert, ergibt für die normale Faltung mit  $\sum T = 1$

$$S_{normal}^*(E_i) = \sum_{E_j=\text{minimale } E_{soll}}^{\text{maximale } E_{soll}} T(E_j) \cdot S(E_i + (E_j - E_{soll})). \quad (\text{B.3})$$

Dabei ist  $E_{soll}$  die Energie bei der die Transmission aufgenommen wurde. Wird nun die Energieskala der Transmissionsfunktion auf diese Sollbahnenergie  $E_{soll}$  normiert

$$\bar{E}_j = \frac{E_j}{E_{soll}}, \quad (\text{B.4})$$

ergibt sich

$$S_{normal}^*(E_i) = \sum_{\text{minimales } \bar{E}_j}^{\text{maximales } \bar{E}_j} T(\bar{E}_j) \cdot S(E_i + (\bar{E}_j - 1) \cdot E_{soll}). \quad (\text{B.5})$$

Ein energiedispersives Spektrometer hat eine relative Auflösung. Das heißt, die Breite der Transmissionsfunktion ist abhängig von der Sollbahnenergie (siehe Kapitel 3.4). Für die Faltung mit einer Transmissionsfunktion, die eine solche relative Auflösung zeigt, muß nun die konstante Sollbahnenergie  $E_{Soll}$  durch die variable Energie  $E_i$  des Spektrums ersetzt werden

$$S_{rel}^*(E_i) = \sum_{\substack{\text{maximales } \overline{E}_j \\ \text{minimales } \overline{E}_j}} T(\overline{E}_j) \cdot S(E_i + (\overline{E}_j - 1) \cdot E_i). \quad (\text{B.6})$$

Diese Faltung findet Anwendung bei Messungen mit dem Rau-Spektrometer unter Verwendung eines energieunabhängigen Detektors, wie einem Faraday-Becher.

Bei der Verwendung eines energieabhängigen Szintillations- oder Halbleiterdetektors muß die Energie  $E_i - E_{Th}$  des Spektrums als ein zusätzlicher Wichtungsfaktor berücksichtigt werden

$$S_{relSzinti}^*(E_i) = (E_i - E_{Th}) \cdot \sum_{\substack{\text{maximales } \overline{E}_j \\ \text{minimales } \overline{E}_j}} T(\overline{E}_j) \cdot S(E_i + (\overline{E}_j - 1) \cdot E_i). \quad (\text{B.7})$$



# Literaturverzeichnis

- [1] Aisenbrey B.: *Bestimmung der lateralen Ausdehnung der Elektronendiffusionswolke der rückgestreuten Elektronen*, Diplomarbeit, Universität Münster (2003)
- [2] Aristov V.V., Rau E.I., Yakimov E.B.: Apparatus Electron Beam Microtomography in SEM, *Phys. Stat. Sol. (a)* **150** (1995) 211
- [3] Arnal F., Verdier P., Vincensini P.D.: Coefficient de retrodiffusion dans la cas d'électrons monocinétiques arrivant sur la cible sous une incidence oblique, *Compt. rend. Acad. Sci. (Paris)* **268** (1969) 1526
- [4] Ashcroft N.W., Mermin N.D.: *Solid State Physics*, Saunders College Publishing, Orlando (1976)
- [5] Autrata R., Hermann R., Müller M.: An efficient single crystal BSE detector in SEM, *Scanning* **14** (1992) 127
- [6] Bastin G.F., Heijligers H.J.M.: Quantitative electron probe microanalysis of ultra light elements (boron oxygen), in: Heinrich K.F.J., Newbury D.E. (Eds.), *Electron Probe Quantitation*, Plenum Press, New York (1991) 145
- [7] Belhaj M., Jbara O., Filipov M.N., Rau E.I. and Andrianov M.V.: Analysis of two methods of measurement of surface potential of insulators in SEM: electron spectroscopy and X-ray spectroscopy methods, *Appl. Surf. Sci.* **177** (2001) 58
- [8] Berger D., Filipov M., Niedrig H., Rau E.I., Schlichting F.: Experimental determination of energy resolution and transmission characteristics of an electrostatic toroidal spectrometer adapted to a standard scanning electron microscope, *J. Electr. Spectr. and Rel. Phenom.* **105** (1999) 119

- [9] Berger M.J., Seltzer S.M. : Tables of energy loss and ranges of electrons and positrons, Nat. Acad. Sci., Nat. Res. Council Publ. 1133, Washington D.C. (1964) 205
- [10] Bethe H.: Zur Theorie des Durchganges schneller Korpuskelstrahlen durch Materie, Ann. Phys. **5** (1930) 325
- [11] Bethe H.A., Ashkin J.: Passage of radiation through matter, *Experimental Nuclear Physics*, Vol. 1, Wiley, New York (1953) 166
- [12] Birkhoff R.D.: The passage of fast electrons through matter, *Encyclopedia of Physics*, Vol. 34, Springer, Berlin (1958) 53
- [13] Böngeler R., Golla U., Kässens M., Reimer L., Schindler B., Senkel R., Spranck M.: Electron-specimen interactions in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy, Scanning **15** (1993) 1
- [14] Bohr N.: The penetration of atomic particles through matter, Kgl. Danske Videnskabernes, Selskab, Matematisk-fysiske Meddelelser **18**, No.8, (1948)
- [15] Darliński A.: Measurements of angular distribution of the backscattered electrons in the energy range 5 to 30 keV, Phys. Stat. Sol. (a) **63** (1981) 663
- [16] Dremova N.N., Drokin A.P., Zaitsev S.I., Rau E.I., Yakimov E.B.: Characterization of multilayered microstructures and surface relief using backscattered electrons in a scanning electron microscope, Bull. Russ. Acad. Sci. **57** (1993) 1305
- [17] Drescher H., Reimer L., Seidel H.: Rückstreukoeffizient und Sekundärelektronen-Ausbeute von 10–100keV Elektronen und Beziehungen zur Rasterelektronenmikroskopie, Z. Angew. Phys. **29** (1970) 331
- [18] Egerton R.F.: Measurement of inelastic/elastic scattering ratio for fast electrons and its use in the study of radiation damage, Phys. Stat. Sol. (a) **37** (1976) 663
- [19] Egerton R.F.: *Electron-loss Spectroscopy in the Electron Microscope*, Plenum Press, New York, London (1990)

- [20] Essers E.: *Elementanalyse im Rasterelektronenmikroskop mit Hilfe von Auger Electron Appearance Potential Spectroscopy und Disappearance Potential Spectroscopy*, Diplomarbeit, Universität Münster (1997)
- [21] Everhart T.E.: Simple theory concerning the reflection of electrons from solids, *J. Appl. Phys.* **31** (1960) 1483
- [22] Fitting H.J.: The energy loss of transmitted and backscattered electrons, *J. Phys. D* **8** (1975) 1480
- [23] Fitting H.J., Schreiber E., Kuhr J.C., von Czarnowski A.: Attenuation and escape depth of low-energy electron emission, *J. Electr. Spectr. and Rel. Phenom.* **119** (2001) 35
- [24] Frase C.G.: *Untersuchungen zur Signalentstehung mittels Sekundärelektronen an Mikrostrukturkanten in einem Niederspannungs-Rasterelektronenmikroskop*, Dissertation, Universität Münster (2002)
- [25] Froitzheim H., Ibach H., Lehwald S.: Reduction of spurious background peaks in electron spectrometers, *Rev. Sci. Instrum.* **46** (1975) 1325
- [26] Ghielmetti A.G., Shelly E.G.: Angle, energy, and time-of-flight focusing with poloidal toroid electrostatic analysers, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. A* **298** (1990) 181
- [27] Hamamatsu: Photomultiplier Tubes, Datenblatt, Hamamatsu TV CO., LTD., 1978
- [28] Harting E., Read F.H.: *Electrostatic Lenses*, Elsevier Publishing Company, Amsterdam (1976)
- [29] Hejna J.: Detection of BSE in the low voltage SEM with an electrostatic immersion lens and a field-free specimen, *Proc. EMAG97, Inst. Phys. Conf. Ser.* **153**: Section 2, Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia (1997) 69
- [30] Hejna J., Hoffmeister H., Kohl H.: Detection of topographic and material contrast in the LVSEM equipped with an electrostatic immersion lens, *Electron Microscopy 1998, Proc. 14th Intern. Congress on Electron Microscopy, Vol 1* (1998) 465

- [31] Hellings G.J.A., Ottevanger H., Knibbeler C., Van Engelshoven J., Brongersma H.H.: Potential distribution and focusing properties of toroidal deflection plates, *J. Electr. Spectr. and Rel. Phenom.* **49** (1989) 359
- [32] Hoffmeister H., Reimer L., Kohl H.: Untersuchungen zu Austrittstiefen- und Energiespektren der rückgestreuten Elektronen im Rasterelektronenmikroskop mittels Monte-Carlo Simulation, *Optik* **110**, Suppl. 8 (1999) 47
- [33] Hohn F.J.: Angular dependence of electron intensities backscattered by carbon films, *Optik* **47** (1977) 491
- [34] Hohn F.J., Kindt M., Niedrig H., Stuth B.: Elektronenrückstreuungsmessungen an dünnen Schichten auf Trägersubstanzen. *Optik* **46** (1976) 491
- [35] Ibach H.: *Electron Energy Loss Spectrometers*, Springer, Berlin, Heidelberg (1991)
- [36] Jbara O., Belhaj M., Odof S., Msellak K., Rau E.I. and Andrianov M.V.: Surface potential measurements of electron-irradiated insulators using backscattered and secondary electron spectra from an electrostatic toroidal spectrometer adapted for scanning electron microscope applications, *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. **72**, No. 3 (2001) 1788
- [37] Joy D.C.: An Introduction to Monte Carlo Simulations, in: *Scanning Microscopy*, Bd. **5** Scanning Microsc. Int., O'Hare, Chicago (1991) 329
- [38] Joy D.C.: A Database on Electron-Solid Interactions, *Scanning* **17** (1995) 270
- [39] Joy D.C., Joy C.S.: Low voltage scanning electron microscopy, *Micron* **27** (1996) 247
- [40] Joy D.C., Luo S.: An empirical stopping power relationship for low energy electrons, *Scanning* **11** (1989) 176
- [41] Kässens M.: *Untersuchung der Rückstreuelektroden in der Low-Voltage Elektronenmikroskopie*, Dissertation, Universität Münster (1995)
- [42] Kanaya K., Okayama S.: Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets, *J. Phys. D* **5** (1972) 43

- [43] Kotera M., Murata K., Nagami K.: Monte Carlo simulation of 1–10 keV electron scattering in a gold target, *J. Appl. Phys.* **52**(1981) 997; Monte Carlo simulation of 1–10 keV electron scattering in an aluminium target, *J. Appl. Phys.* **52** (1981) 7403
- [44] Leckey R.C.G.: Recent developments in electron energy analysers, *J. Electr. Spectr. and Rel. Phenom.* **43** (1987) 183
- [45] Lewis H.W.: Multiple scattering in an infinite medium, *Phys. Rev.* **78** (1950) 526
- [46] Libby W.F.: Measurement of radioactive tracers, *Anal. Chem.* **19** (1947) 2
- [47] Love G., Cox M.G.C., Scott V.D.: A simple Monte Carlo method for simulating electron-solid interactions and its application to electron probe microanalysis, *J. Phys. D* **10** (1977) 7
- [48] Mellen C.: *Elektronentomographie - 3-Dimensionale Rekonstruktion am Raster-elektronenmikroskop durch Variation der Energie des Primärelektronenstrahles*, Diplomarbeit, Universität Münster (1998)
- [49] Merli P.G., Migliori A., Morandi V., Rosa R.: Spatial resolution and energy filtering of backscattered electron images in scanning electron microscopy, *Ultramicroscopy* **88** (2001) 139
- [50] Mott N.F., Massey, H.S.W.: *The Theory of Atomic Collisions*, 3<sup>rd</sup> ed., Oxford Univ. Press, London (1965)
- [51] Muir M.D., Grand P.R.: Cathodoluminescence, in: D.B. Holt et al. (Eds.), *Quantitative Electron Microscopy*, Academic Press, London (1974) 287
- [52] Niedrig H.: Electron backscattering from thin films, *J. Appl. Phys.* **53**, No. 4 (1982) R15
- [53] Niedrig H., Rau E.I.: Information depth and spatial resolution in BSE microtomography in SEM, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **142** (1998) 523
- [54] Niedrig H., Sieber P.: Rückstreuung mittelschneller Elektronen an dünnen Schichten, *Z. Angew. Phys.* **31** (1971) 27
- [55] Philibert J., Tixier R.: Effects of crystal contrast in SEM, *Micron* **1** (1969) 174

- [56] Postek M.T., Vladár A.E., Wells O.C., Lowney J.L.: Application of the low-loss Scanning Electron Microscope image to integrated circuit technology part I-applications to accurate dimensions measurements, *Scanning* **23** (2001) 298
- [57] Raether H.: *Excitation of Plasmons and Interband Transitions by Electrons*, Springer, Berlin (1980)
- [58] Rao-Sahib T.S., Wittry D.B.: X-ray continuum from thick element targets for 10–50 keV electrons, *J. Appl. Phys.* **45** (1974) 5060
- [59] Rau E.I., Hoffmeister H., Sennov R., Kohl H.: Comparison of experimental and Monte Carlo simulated BSE spectra of multilayered structures and ‘in-depth’ measurements in a SEM, *J. Phys. D* **35** (2002) 1433
- [60] Rau E.I., Robinson V.N.E.: An annular toroidal backscattered electron energy analyzer for use in scanning electron microscopy, *Scanning* **18** (1996) 556
- [61] Read F.H., Adams A., Soto-Montiel J.R.: Electrostatic Cylinder Lenses I: Two element lenses, *J. Phys. E* **4** (1971) 625
- [62] Read F.H., Bowring N.: *Charged Particle Optics programs User’s 3D Guide*, RB Consultants Ltd (1996)
- [63] Reimer L.: *Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden*, Springer, Berlin (1967)
- [64] Reimer L.: *Image Formation in Low-Voltage Electron Microscopy*, Tutorial Texts in Opt. Eng., Vol. **TT12**, SPIE Optical Eng. Press, Bellingham, Washington (1993)
- [65] Reimer L.: MOCASIM Ein Monte Carlo Programm für Forschung und Lehre, *Beitr. Elektronenmikroskop, Direktabb. u. Analyse von Oberfl. (BEDO)* **29** (1996) 1
- [66] Reimer L.: *Scanning Electron Microscopy*, Springer, Berlin (1998)
- [67] Reimer L.: *SEM/TEM Hypertext (Fast alles über Elektronenmikroskopie)*, CD-ROM, erhältlich bei PLANO GmbH, Wetzlar (1999)

- [68] Reimer L., Böngeler R., Kässens M., Liebscher F., Senkel R.: Calculation of energy spectra from layered structures for backscattered electron spectrometry and relations to Rutherford backscattering spectrometry by ions, *Scanning* **13** (1991) 381
- [69] Reimer L., Gadacz H.: Zur Schichtdickenkontrolle bei der elektronenmikroskopischen Schrägbeschattungsmethode, *Z. wiss. Mikr.* **65** (1961) 106
- [70] Reimer L., Riepenhausen M.: Detector strategy for secondary and backscattered electrons using multiple detector systems, *Scanning* **7** (1985) 221
- [71] Reimer L., Senkel R.: Monte-Carlo simulations in low voltage scanning electron microscopy, *Optik* **98** (1995) 85
- [72] Reimer L., Tollkamp C.: Measuring the backscattering coefficient and the secondary electron yield inside a scanning electron microscope, *Scanning* **3** (1980) 35
- [73] Riers A.: *Einzel-Elektronenzählung*, Diplomarbeit, Universität Münster (1992)
- [74] Robben F.: Noise in the measurement of light with photomultipliers, *Applied Optics* **10** (1971) 776
- [75] Rösler M., Brauer W.: Theory of electron emission from nearly-free-electron metals by proton and electron bombardement, *Phys. Stat. Sol. (b)* **104** (1981) 575
- [76] Salvat F., Mayol R.: Elastic scattering of electrons and positrons by atoms. Schrödinger and Dirac partial wave analysis. *Comp. Phys. Commu.* **74** (1993) 358
- [77] Salvat F., Parellada J.: A simple Monte Carlo calculation of kilovolt electron transport, *J. Phys. D* **17** (1983) 185
- [78] Sauerbrey G.: Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung, *Z. Phys.* **155** (1959) 206
- [79] Schindler B.: *Untersuchungen zur energiegefilterteten Abbildung und Spektroskopie in einem Feldemissions-Rasterelektronenmikroskop*, Dissertation, Universität Münster (1999)

- [80] Schlichting F., Berger D., Niedrig H.: Thickness determination of ultra-thin films using backscattered electron spectra of a new toroidal electrostatic spectrometer, *Scanning* **21** (1999) 197
- [81] Seiler H.: Determination of the “information depth” in the SEM, *Scanning Electron Microsc.*, vol **I** (1976) 9
- [82] Senkel R.: *Monte-Carlo Simulation in der Elektronenmikroskopie*, Dissertation, Universität Münster (1993)
- [83] Sogard M. R.: Backscattered electron energy spectra for thin films from an extension of the Everhart theory, *J. Appl. Phys.* **51** (8) (1980) 4412
- [84] Spranck M., Kässens M., Reimer L.: Influence of the Angular Distribution of Backscattered Electrons on Signals at Different Take-Off Angles in Low-Voltage Scanning Electron Microscopy (LVSEM), *Scanning* **17** (1995) 97
- [85] Terrill H.M.: Loss of velocity of cathode rays in matter, *Phys. Rev.* **22** (1923) 101
- [86] Toffoletto F., Leckey R.C.G., Riley J.D.: Design criteria for angle resolved electron spectrometer of novel toroidal geometry, *Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B* **12** (1985) 282
- [87] Tung C.J., Ashley J.C., Ritchie H.: Electron inelastic mean free paths and energy losses in solids, *Surf. Sci.* **81** (1979) 427
- [88] Wells O.C.: Effects of collector take-off angle and energy filtering on the BSE image in the SEM, *Scanning* **2** (1979) 199
- [89] Wells O.C., McGlashan-Powell M., Vladár A.E., Postek M.T.: Application of the low-loss Scanning Electron Microscope image to integrated circuit technology part II-chemically-mechanically planarized samples, *Scanning* **23** (2001) 366
- [90] Wells O.C., Savoy R.J., Bailey P.J.: Backscattered electron (BSE) imaging in the scanning electron microscope - Measurement of surface layer mass-thickness, in: Kyser D.F, Niedrig H., Newbury D.E., Shimizu R. (Eds.), *Electron beam interaction with solids*, SEM , Inc., AMF O’Hare, Chicago (1982) 287



- [91] Wentzel G.: Zwei Bemerkungen über die Zerstreung korpuskularer Strahlen als Beugungserscheinungen, *Z. Phys.* **40** (1927) 590
- [92] Werner W.S.M.: Influence of multiple elastic and inelastic scattering on photoelectron line shape, *Phys. Rev. B* **52** (4) (1995) 2964
- [93] Widdington R.: The transmission of cathode rays through matter, *Proc. Roy. Soc. A* **86** (1912) 360; **89** (1914) 554
- [94] Wright A.G.: Theoretical and practical considerations in the use of photomultipliers for low light level measurements, EMI Publications (1988)
- [95] Zaitsev S.: Forschungsbericht an die DFG, Projekt 436 RUS 17/18/99 (1999)
- [96] Zhenyu T., Yancai H.: An empirical Energy Loss Equation of electrons, *Scanning* **24** (2002) 46



# Danksagung

Ich bedanke mich bei allen, ohne deren Unterstützung diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre.

Insbesondere bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. H. Kohl für die interessante Aufgabenstellung, die Unterstützung meiner Arbeit und den großzügigen Freiraum bei der Verwirklichung meiner Ideen.

Ebenso möchte ich Herrn em. Prof. Dr. L. Reimer für die wertvollen Diskussionen, Anregungen und Ratschläge und für die Bereitstellung seines Programmpakets MOCASIM danken.

Herrn Prof. Dr. E. I. Rau danke ich für die unerschöpflichen Ideen und die Möglichkeit der Zusammenarbeit mit seinem Institut.

Mein herzlicher Dank gilt Bernd Schindler, dessen Arbeit am SEM die Inspiration und technische Grundlage meiner Forschung war.

Bei Ingo Müller, Andreas Thesing, Georg Frase und allen anderen Mitgliedern der Abteilung Elektronenmikroskopie bedanke ich mich für die einmalige Atmosphäre, die große Hilfe und ständige Diskussionsbereitschaft.

Karl-Heinz Krämer, Rainer Knippelmeyer, Benedikt Gralla und Mi Young Park sei gedankt für Ihre Sisyphusarbeit mit den Rechnern der Abteilung.

Herrn Markus Silder danke ich für die Hilfe bei der Wartung des SEM und für die Anfertigung der Fotoarbeiten.

Allen die meine Arbeit kritisch gelesen und korrigiert haben, insbesondere Christine Rompel, die Fehler fand, die kein Mensch zuvor gesehen hat, bin ich ebenso dankbar.

Insbesondere danken möchte ich den Leitern der Feinmechanischen Werkstatt W. David und W. Spiekermann für die hilfreichen Diskussionen zur technischen Realisierung des Spektrometers, allen Mitarbeitern der Werkstatt für die schnelle und unkomplizierte Zusammenarbeit und insbesondere Herrn Jürgen Zeder für die per-

fekte Anfertigung der Spektrometerbauteile.

Allen Mitarbeitern der elektrischen Werkstatt danke ich für die Anfertigung der elektronischen Bauteile, insbesondere den Herren J. Coellen und W. May für die wertvollen Diskussionen zu elektronischen Problemen.

Mein Dank gilt auch der ICT GmbH und insbesondere Herrn Dr. R. Degenhardt für die finanzielle Unterstützung. Ebenfalls danke ich der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie für die finanzielle Unterstützung zur Teilnahme an mehreren Tagungen, und der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung meines Forschungsaufenthalts in Moskau MSU und des Forschungsaufenthalts von Herrn R. Sennov in Münster WWU im Rahmen des Projektes-Az.: 436 RUS 113/72/0 (R).

Mein liebster Dank gilt meiner Freundin Anne-Kathrina Rokahr für Ihr Verständnis und Ihre Hilfe.

Ebenso danke ich meiner Mutter für ihre immerwährende Unterstützung, große Geduld und das in mich gesetzte Vertrauen.

Münster, 19.05.2003













