

Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 18 (1985)

Richard Eckert

Eine Erweiterung des Hochspannungsbereichs am REM
und ihr Einsatz in der Spurenanalyse

Angemeldet zum 18. Kolloquium des Arbeitskreises für
Elektronenmikroskopische Direktabbildung und Analyse von Oberflächen (EDO)
(19. bis 21. September 1985 in Konstanz)

Abstract: EXPANDING THE HIGH VOLTAGE RANGE OF A SEM
AND ITS USE IN TRACE ANALYSIS

Usually the high tension voltage in a SEM is limited to 25 kV. An inexpensive method is demonstrated, to increase this by about 10 kV. Now in X-ray analysis elements with atomic numbers of ≥ 48 may be excited also by their K-lines.

Kurzfassung: Üblich ist im REM die Hochspannung auf ca 25 kV beschränkt. Es wird ein einfacher Weg gezeigt, diesen Wert um ca 10 kV zu erhöhen. In der RFA im REM können Elemente mit $Z \geq 48$ nun auch über ihre K-Linien angeregt werden.

Einleitung: Die im REM verfügbare Hochspannung von ca 25 kV ist optimal für das elektronenoptische Bild, für andere Bereiche jedoch eher zu niedrig. Solche Anwendungen sind z.B. die Durchstrahlung kleinerer Objekte mit Röntgenlicht (1) zur Röntgenprojektion. Auch die in den BEDO-Bänden schon mehrfach behandelte Materialanalyse mit Röntgenfluoreszenz ließe eine höhere Strahlspannung als 25 kV interessant erscheinen (2), (3), (4).

Nun ist es für den Anwender nicht möglich, den Hochspannungsteil seines REM einfach abzuändern. Bevor ein neues REM mit evtl. höherer kV-Zahl beschafft wird, soll hier ein einfacher Weg gezeigt werden, doch mit höherer Spannung zu arbeiten. Die Probe wird vom geerdeten Probenhalter elektrisch isoliert und auf ein hohes positives Potential gelegt. Die Elektronen des Primärstrahls werden nach ihrem Eintreffen in der Probenkammer nachbeschleunigt. Ihre Auftreffenergie steigt entsprechend zur angelegten positiven Spannung, siehe Bild 1.

Zusatzspannungen von ca 5-10 V bilden die Grundlage der Messungen mit Potentialkontrast (5), hohe negative Spannungen die des Spiegel-Elektronenmikroskops (6), so daß hier schon Erfahrungen vorliegen.

Hochspannungs-Versorgung: Da der Elektronenstrom im REM auf max. einige μA begrenzt ist, genügt für die Zusatzspannung ein preiswertes Netzteil mit Strombegrenzung $< 100 \mu\text{A}$, wie es für TV-Geräte verwendet wird (7).

Richard Eckert, Forschungszentrum der Standard Elektrik Lorenz, Holderackerstr. 35, 7 Stuttgart 31, Bundesrep. Deutschland

Hochspannungs-Durchführung: Zur HV-Durchführung ins REM wird ein Flansch an der Probenkammer oder -wie hier- eine Flanschöffnung an der Kammertür verwendet. Günstig wird als HV-Durchführung die gleiche Bauform wie an der REM-Säule für den Kathodenkopf verwendet. Lieferant ist dann der REM-Hersteller.

Aufbau: Mit zunehmender Elektronenenergie wird auch die freigesetzte Röntgenstrahlung härter. Diese sollte möglichst bereits im Aufbau absorbiert werden. Eine Ausführung zur Materialanalyse mit RFA zeigt Bild 2, siehe auch (4) in diesem BEDO-Band. Wie aus Bild 2 zu sehen, trägt die geerdete Probenbühne

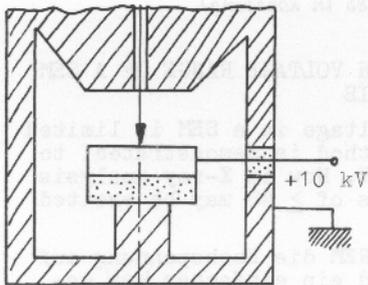


Bild 1: Nachbeschleunigung von Elektronen, schematisch
Fig. 1: Post-acceleration of electrons, schematic

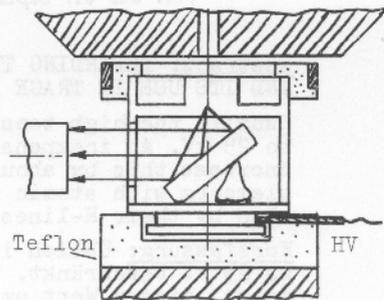


Bild 2: Die "Röntgenbox" als Prüfling mit Zusatzspannung
Fig. 2: The "Röntgenbox" as a sample with additional EHT

einen isolierenden Teflon-Aufsatz. Auf diesem montiert befindet sich der Prüfling. Zum Polschuh hin trägt der Prüfling einen weiteren Teflon-Ring als Schutz gegen Überschlag. Der Teflon-Ring trägt außen einen Eisenring, der Röntgenstrahlung aus der Säule und vom Prüfling absorbiert. Röntgenstrahlung kann so nur in Richtung Si(Li)-Detektor austreten, wie zur Materialanalyse erforderlich. Bei häufigerem Betrieb mit Nachbeschleunigung sollte außerdem noch eine Strahlenmessung an der REM-Außenwand erfolgen.

Elektrische Sicherheit: Zum Arbeiten mit Hochspannung hat sich folgende Reihenfolge bewährt:

- Erden der isolierten Leitung vom Prüfling
- Zuschalten von Strom und Spannung am REM
- Positionieren des Prüfling
- Aperturblendenwechsler im REM auf "kein Bild". Der Elektronenstrom wird von der REM-Kammer und vom Prüfling getrennt.
- Umschalten der isolierten Leitung von Erde zum HV-Netzteil
- Einschalten des HV-Netzteils
- Aperturblendenwechsler auf "Bild". Die Elektronen erreichen den Prüfling.
- Starten der Materialanalyse durch Einschalten des Spektrometers.

Ist die Analyse beendet, so ist der Reihe nach

- Abschalten von Strom und Spannung am REM
- Abschalten des HV-Netzteils
- Erden der isolierenden Leitung. Achtung: Diese kann nach dem Abschalten noch einige kV Spannung haben.

Beispiel 1: von 25 auf 35 kV. In einem Zinn-Lot ist der Silbergehalt zu prüfen. Die Röntgen-L-Linien von $\text{Ag}(L\alpha) = 2.98 \text{ keV}$ und $\text{Sn}(L1) = 3.04 \text{ keV}$ überlappen völlig. Die K-Linien werden erst oberhalb 25 keV angeregt. Bei 35 kV Strahlspannung ($=25+10 \text{ kV}$) ist der Silbergehalt als klar getrenntes Signal zu erkennen:

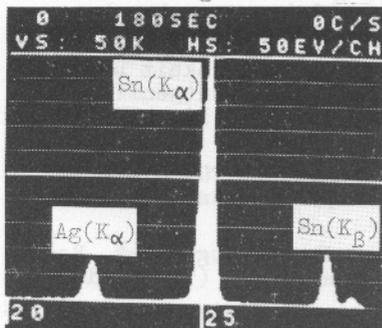


Bild 3: Spektrum eines Lots mit 3.5 % Ag und 96.5 % Sn. RFA mit 30 μm Wolfram-Anode bei 35 kV

Fig. 3: Spectrum of a solder foil, 3.5 % Ag and 96.5 % Sn. XRF with 30 μm tungsten anode at 35 kV

Beispiel 2: von 35 auf 45 kV. In der EDX-Analyse von Barium und Titan überlagern $\text{Ba}(L)$ mit $\text{Ti}(K)$. Die Barium-K-Linie wird erst oberhalb 37.5 keV angeregt. Bei 45 kV ($=35+10 \text{ kV}$) ist $\text{Ba}(K)$ klar zu erkennen, siehe Bild 4:

Beispiel 3: von 40 auf 50 kV. Cer wird erst oberhalb 40.5 keV angeregt. Bei 50 kV ($=40+10 \text{ kV}$) ist $\text{Ce}(K)$ klar zu sehen, vgl. Bild 5.

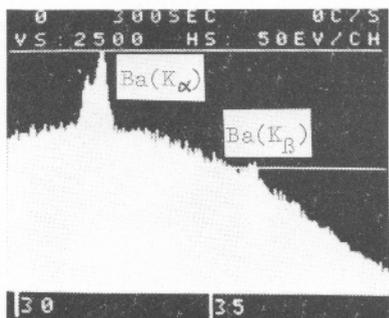


Bild 4: Spektrum von Epoxi mit 1000 ppm Ba und 350 ppm Ti, 60 μm Wolfram bei 45 kV

Fig. 4: Spectrum of epoxy with 1000 ppm Ba and 350 ppm Ti, 60 μm tungsten anode at 45 kV

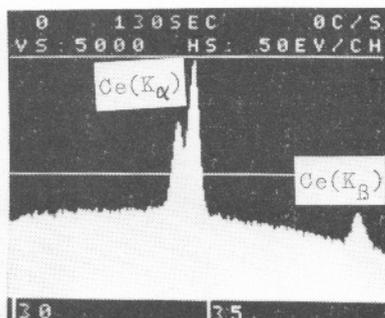


Bild 5: Spektrum von Epoxi mit 4500 ppm Ce, 60 μm Wolfram-Anode bei 50 kV

Fig. 5: Spectrum of epoxy with 4500 ppm Ce, excited by 60 μm tungsten anode at 50 kV

Schlußbetrachtung: Neben der Röntgenprojektion scheint die Materialanalyse mit RFA im REM ein wichtiges Einsatzgebiet für die positive Zusatzspannung zu sein. Diese ist nicht auf die hier verwendeten 10 kV beschränkt. Mit Zusatzspannung ermöglicht nun ein REM von $U_{\text{max}} = 25$ kV eine Messung von Zinn/Silbergehalten über die K-Linien. Ein REM mit höherer kV-Zahl erfäßt auch die K-Linien der Seltenen Erden.

Literatur:

- (1) Haudek, H., Ein sehr einfacher Weg zur Röntgenschattemikroskopie mit einem REM, Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 9 (1976), 137-145
- (2) Weiß, R.M., Erhöhung der Nachweisempfindlichkeit bei der qualitativen Röntgenanalyse im REM durch Röntgenfluoreszenz-Anregung, Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 12/1 (1979), 209-216
- (3) Eckert, R., Ein Röntgenfluoreszenz-Zusatz für die Spurenanalyse, Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 15 (1982), 41-48
- (4) Eckert, R., RFA im REM: Bauformen der "Röntgenbox", Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 18 (1985), dieser B.
- (5) Kubalek, E., Methoden zur Mikrocharakterisierung von Halbleiter-Werkstoffen und Bauelementen im REM, Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 9 (1976), 185-204
- (6) Wilfing, E., Hörl, E.M., Rasterelektronenmikroskopische Abbildung integrierter Schaltkreise unter Verwendung eines Elektronenspiegelzusatzes, Beitr. elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl. 11 (1978), 205-208
- (7) Zentro-Elektrik, Katalog (1984), Sandweg 20, 753 Pforzheim, 82

