

Simulation von Intensitätsprofilen und Signal-Rausch-Verhältnissen in Elementverteilungsbildern

Mi Young Park

Diplomarbeit im Fach Physik
Physikalisches Institut der
Westfälischen Wilhelms-Universität
Dezember 1998

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Theorie der energiegefilterten Abbildung	2
2.1 Aufbau eines energiefilternden Transmissionselektronenmikroskops	2
2.2 Elektronenenergieverlustspektrum	4
2.3 Subtraktion des Untergrunds	6
2.4 Stromdichte in der Bildebene	7
2.5 Abbildung von Elementverteilungen	9
2.6 Der partielle Wirkungsquerschnitt	14
3 Das Signal-Rausch-Verhältnis	16
4 Programme	20
4.1 Simulation einer SOI-Struktur	20
4.2 SNR in Sauerstoffverteilungsbildern	22
5 Ergebnisse	27
6 Zusammenfassung	34
Literaturverzeichnis	35

Kapitel 1

Einleitung

Mit einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) ist es möglich, die innere Struktur in Festkörpern abzubilden. Durch den Einsatz eines abbildenden Energiefilters in einem TEM kann man energiegefilterte Bilder des untersuchten Präparats erhalten. So lässt sich die Struktur der Probe, wie auch die räumliche Verteilung bestimmter Elemente mit hoher Auflösung zweidimensional abbilden. Ortsaufgelöste Abbildungen von Elementvorkommen in der Probe werden Elementverteilungsbilder genannt. Für diese Abbildungen werden nur unelastisch gestreute Elektronen verwendet, die durch Wechselwirkung mit den Elektronen in den inneren Schalen der Atome eines vorgegebenen Elements einen charakteristischen Energieverlust erlitten haben. Die Qualität der Elementverteilungsbilder wird jedoch stark durch Abbildungsfehler des Mikroskops und durch den statistischen Fehler bei der Messung der Intensität beeinflusst. Wie gut sich ein elementspezifisches Signal in einem Elementverteilungsbild von der statistischen Schwankung abhebt, wird durch das Signal-Rausch-Verhältnis (englisch: Signal-to-Noise-Ratio (SNR)) ausgedrückt. Ist das SNR größer als 5, so kann ein Signal vom Rauschen sicher unterschieden werden [Rose 1970]. In dieser Arbeit wurde der Intensitätsverlauf und das SNR in einem Elementverteilungsbild in Abhängigkeit von der Geometrie und der chemischen Zusammensetzung des Objekts sowie Abbildungseigenschaften des Mikroskops theoretisch berechnet und mit experimentellen Ergebnissen verglichen.

Kapitel 2

Theorie der energiegefilterten Abbildung

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie die Stromdichte in der Bildebene von den Geräteparametern des energiefilternden Transmissionselektronenmikroskops (EFTEM) und der Objektstruktur beeinflußt wird. In Abschnitt (2.1) werden für die rechnerische Behandlung von Elementverteilungsbildern wichtige Geräteparameter des EFTEM beschrieben. Wie die Abbildung mit unelastisch gestreuten Elektronen mathematisch ausgedrückt wird, findet man in Abschnitt (2.4). Danach wird in Abschnitt (2.5) gezeigt, daß die lineare Abbildungstheorie für die Beschreibung der räumlichen Verteilung des zu untersuchenden Elements in der Probe benutzt werden kann, wenn letztere hinreichend dünn ist.

2.1 Aufbau eines energiefilternden Transmissionselektronenmikroskops

Der Strahlengang in einem EFTEM ist in der Abbildung (2.1) schematisch dargestellt. Elektronen werden aus der Glüh- oder Feldemissionskathode emittiert und durch ein elektrisches Feld zur Anode hin beschleunigt.

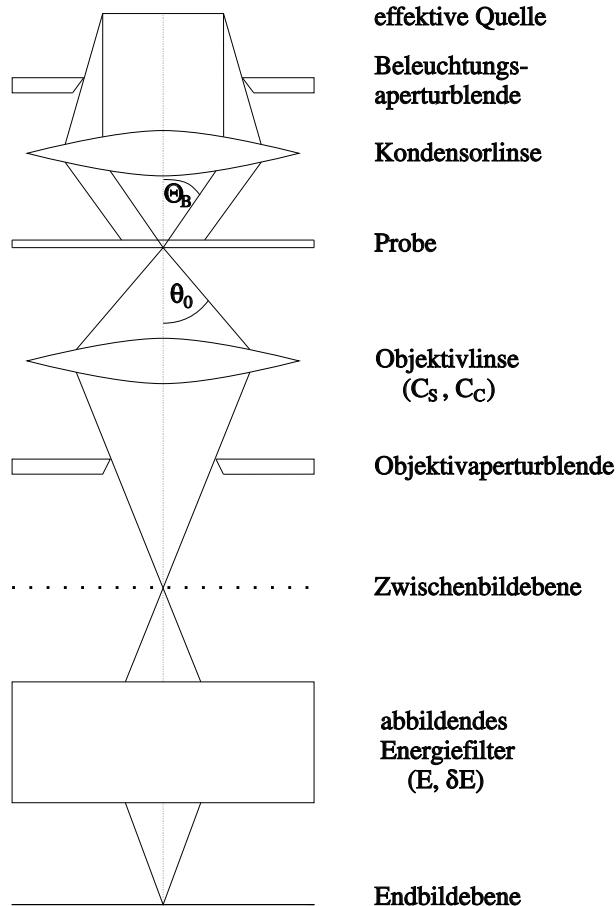


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau eines EFTEM. Die Winkel Θ_B und θ_0 sind der Beleuchtungs- und Objektivaperturwinkel. C_s und C_c sind die Öffnungs- und Farbfehler der Objektivlinse. Das Filter selektiert Elektronen aus dem Energieintervall $[E - \delta/2, E + \delta/2]$.

Die effektive Quelle, Crossover der realen Quelle, befindet sich in der vorderen Brennebene des Kondensolinsensystems, das die Elektronen zu einem Strahl bündelt. Dieser kann als Schar ebener Wellen beschrieben werden, die den Objektbereich gleichmäßig beleuchtet. In der Objektebene resultiert daraus die Stromdichte j_0

$$j_0 = \pi \beta \Theta_B^2 \quad (2.1)$$

mit dem Richtstrahlwert der effektiven Quelle β , und dem Beleuchtungsaperturwinkel

Θ_B . Die einfallenden Elektronen treten in Wechselwirkung mit den Atomkernen und den Hüllenelektronen der Atome in der Probe und werden dabei elastisch oder unelastisch gestreut.

Die Partialwellen, die aus der Streuung resultieren, werden in der Objektivlinse gebündelt und auf die Zwischenbildebene fokussiert. Die Objektivaperturblende, die sich zwischen der Objektivlinse und der Zwischenbildebene befindet, lässt im Strahlengang nur die Elektronen durch, deren Wellenvektoren nach der Streuung einen Winkel $\theta \leq \theta_0$ mit der optischen Achse einschließen.

Unterhalb der Objektivlinse befindet sich das abbildende Energiefilter, das nur Elektronen selektiert, deren Energieverlust E im vorgegebenen Energieverlustintervall $[E + \delta E/2, E - \delta E/2]$ liegt. Das Intervall wird durch den Energieverlust E und die Energiensterbreite δE bestimmt, die sich durch einen Spalt im Filter variieren lässt. Das Bild in der Zwischenbildebene wird von den Projektivlinsen nochmals vergrößert und in der Endbildebene abgebildet. In dieser Bildebene kann das Bild zum Beispiel mit einer Fotoplatte oder einer CCD-Kamera (charge coupled device) registriert werden. Zur digitalen Bildaufzeichnung ist die CCD-Kamera zur Zeit das effektivste Detektionssystem. Ein Szintillator in der Kamera konvertiert die einfallenden Elektronen in Photonen. Diese werden von einer Fiberoptik auf den CCD-Sensor übertragen. Die Abbildungseigenschaften des Mikroskops werden u.a. durch zwei Linsenfehler, den Öffnungsfehler C_s und den Farbfehler C_c des Objektivlinsensystems bestimmt. Da dessen Vergrößerung sehr hoch ist (typischer Werte $V=20-50$), werden die Aberrationen der Projektivlinsen und des Energiefilters vernachlässigt [Lanio et al. 1986, Kujawa et al. 1990].

2.2 Elektronenenergieverlustspektrum

In einem EFTEM kann man Elektronenenergieverlustspektroskopie (EEL-Spektroskopie) betreiben, um Informationen aus dem gesamten abgebildeten Probenbereich zu bekommen. Die Intensität der gestreuten Elektronen wird in Abhängigkeit des erlittenen Energieverlustes gemessen und dargestellt. Das Elektronenenergieverlustspektrum (EELS) wird im allgemeinen in drei Bereiche eingeteilt: verlustfreies Maximum, Low-Loss-Bereich, charakteristische Kanten.

Ein typisches EEL-Spektrum zeigt Abbildung 2.2.

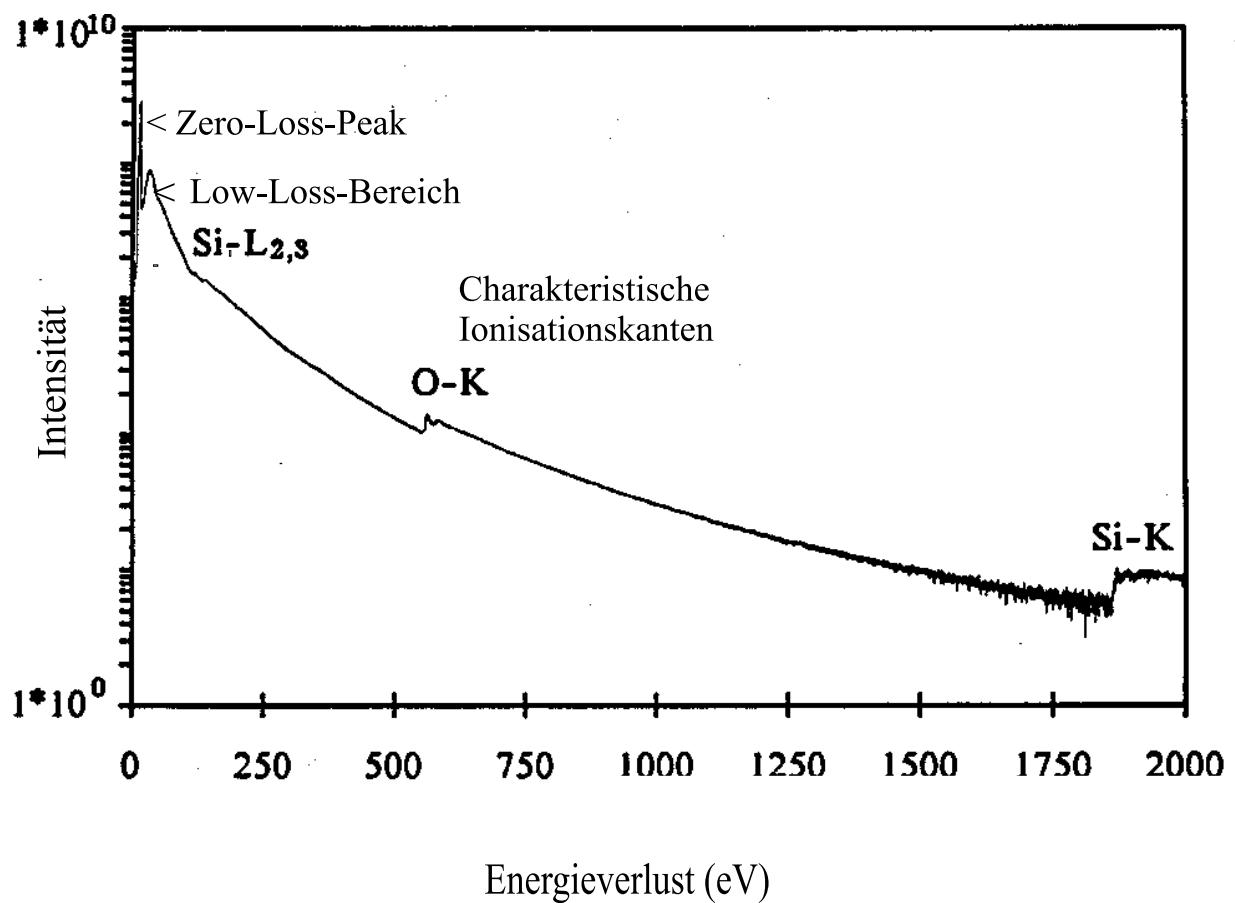


Abbildung 2.2: Typisches EEL-Spektrum mit Zero-Loss-Peak, Low-Loss-Bereich und charakteristischen Kanten [Reimer u.a 1992]

Zum verlustfreien Maximum, genannt Zero-Loss-Peak, tragen Elektronen bei, die entweder gar nicht oder elastisch gestreut wurden. Die Strukturen im Low-Loss-Bereich bis zu einigen 10 eV beruhen auf Plasmonen- und Interbandanregungen in der Probe. Diese enthalten Informationen z.B. über die elektronische Struktur des untersuchten Materials jedoch keine elementspezifischen Signale und sind daher für die chemische Analyse nur

schlecht geeignet. Für diese nutzt man die Ionisationskanten bei höheren Energieverlusten, da sie auf die Anregung innerer Schalen einzelner Atome in der Probe zurückzuführen sind, und folglich die Energien dieser Kanten charakteristisch für eine ganz bestimmte Atomsorte sind.

2.3 Subtraktion des Untergrunds

Für die Erstellung eines Elementverteilungsbildes werden mit dem Energiefilter Elektronen mit einem Energieverlust E_S aus einem Energiefenster oberhalb der Ionisationskante einer Innerschalenanregung ausgewählt.

Die Ionisationskanten der Innerschalenanregungen sind jedoch von einem Untergrund unterlegt, der von der Anregung der Atomschalen niedrigerer Bindungsenergie stammt. Um ein Bild der Elementverteilung zu erhalten, in dem sich das zu untersuchende Element befindet, subtrahiert man den Untergrundanteil von der Ionisationskante. Damit der Untergrundabzug durchgeführt werden kann, nimmt man zusätzlich ein oder mehrere Bilder unterhalb der Ionisationskante des interessierenden Elements auf.

Als ein Beispiel wird in der Abbildung 2.3 die 3-Fenster-Methode vorgestellt. Bei dieser Methode werden zwei Bilder mit den Energieverlusten E_{u1} und E_{u2} unterhalb der Ionisationskante des interessierenden Elements und ein Bild mit dem Energieverlust des Signals E_S aufgenommen. Der Untergrund I_U beim Energieverlust E_S wird aus den beiden Bildern vor der Kante mit der Potenzfunktion

$$I_U(E) = a_{ij}E^{r_{ij}} \quad (2.2)$$

für jeden Bildpunkt extrapoliert [Egerton 1986, 1989]. Hierbei ist E der Energieverlust, a und r sind Parameter, die man durch einen Fit mit einer Potenzfunktion analytisch aus den Bildern berechnen kann. Nach dem Untergrundabzug erhält man ein sogenanntes Elementverteilungsbild. Angewandt werden Elementverteilungsbilder bei der Analyse inhomogen aufgebauter Proben oder Probenbereiche wie z.B. bei räumlichen Verteilungen eines Elements in der Probe und bei Änderungen der Struktur von Grenzflächen.

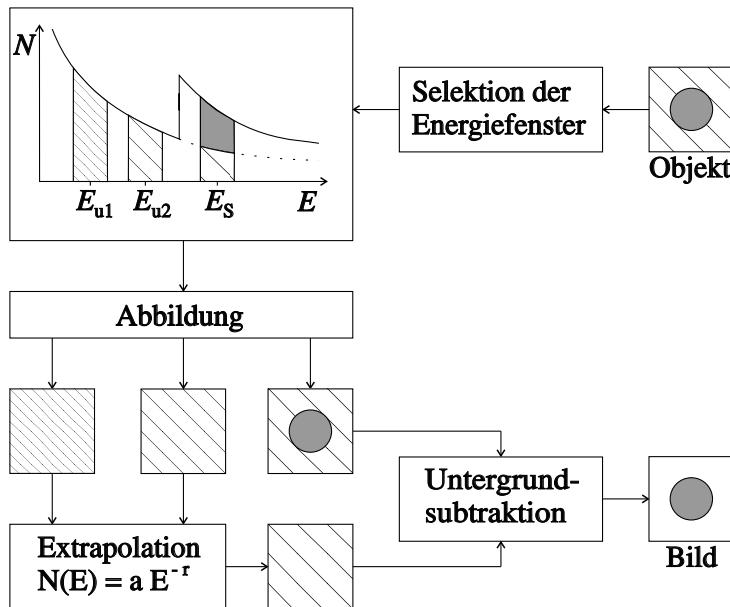


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Erzeugung eines Elementverteilungsbildes nach der Drei-Fenster-Methode. Die Energien E_{u1} , E_{u2} und E_S bezeichnen die Energiefensterpositionen zur Untergrund- bzw. Signalaufzeichnung. Die Untergrundkorrektur wird pixelweise durchgeführt.

Durch die Abbildungsfehler des Mikroskops wird die tatsächliche Struktur der Probe im Elementverteilungsbild verfälscht dargestellt. Daher wird im nächsten Abschnitt beschrieben, wie die Abbildung mit unelastisch gestreuten Elektronen durch die Geräteparameter beeinflußt wird.

2.4 Stromdichte in der Bildebene

Um die Abbildung mit unelastisch gestreuten Elektronen in Abhängigkeit von den Abbildungsparametern zu beschreiben, wird die Wellenfunktion der einfallenden und der gestreuten Elektronen nach der quantenmechanischen Streutheorie bestimmt und die Fortpflanzung der Streuwelle durch die Linsen und Blenden zur Bildebene berechnet. Seien H_E und H_0 die Hamiltonoperatoren des einfallenden Elektrons und der Hüllenelektronen, während V_{EK} und V_{EE} die Wechselwirkungen des einfallenden Elektrons mit dem Cou-

lombpotential des Atomkerns bzw. dem der Hüllenelektronen beschreiben. Dann läßt sich der Hamiltonoperator H des Gesamtsystems schreiben als

$$H = H_E + H_0 + V_{EE} + V_{EK}, \quad (2.3)$$

und die Wellenfunktion Ψ des Gesamtsystems ohne Austauscheffekte lautet [Born 1926]

$$\Psi(\vec{r}, \vec{R}) = \exp(i\vec{k}_o z) \Phi_0(\vec{R}) + \sum_m \varphi_{m0}(\vec{r}) \Phi_m(\vec{R}), \quad (2.4)$$

wobei in großer Entfernung vom Target ($r \rightarrow \infty$) für die Streuwellen folgende Beziehung gilt

$$\varphi_{m0}(\vec{r}) = f_{m0}(\vec{k}_m, \vec{k}_0) \frac{\exp[ik_m r]}{r}. \quad (2.5)$$

Dabei bedeuten $\vec{r} = (\vec{p}, z)$, \vec{R} die Position des stoßenden Elektrons bzw. die der Elektronen des Targets. \vec{k}_0 , \vec{k}_m sind die Wellenvektoren des einfallenden Elektrons und des gestreuten Elektrons. Die Anregung des Targets aus dessen Grundzustand Φ_o in den angeregten Zustand Φ_m wird mit der Streuamplitude f_{m0} beschrieben. Die Fortbewegung der Streuwellen $\varphi_{m0}(\vec{r})$ im Elektronenmikroskop wird auf gleiche Weise wie die von elastischen Streuwellen behandelt. Für die Streuwellen in der Umgebung der Bildebene erhält man mit der Fresnelnäherung [Berger und Kohl 1992]

$$\varphi_{m0}(\vec{p}, z) = \frac{\exp(ik_m z)}{i\lambda_m} \int f_{m0}(\vec{k}_m, \vec{k}_0) T_a(\vec{\theta}, E_{m0}) \exp[ik_m \vec{\theta} \cdot \vec{p}] d^2 \vec{\theta}. \quad (2.6)$$

Dabei beschreibt

$$T_a(\vec{\theta}, E_{m0}) = A(\vec{\theta}) \exp(-i\gamma(\vec{\theta}, E_{m0})) \quad (2.7)$$

den Einfluß der Objektivaperturblende und der Linsen, wobei

$$A(\vec{\theta}) = \begin{cases} 1 & : |\vec{\theta}| \leq \theta_o \\ 0 & : \text{sonst.} \end{cases}$$

die entsprechende Aperturfunktion ist. Die Phasenverschiebung, die durch die Linsenfehler und die Defokussierung Δf entsteht, wird durch

$$\gamma(\vec{\theta}, E_{m0}) = k_m \left(C_S \frac{\theta^4}{4} - \Delta f \frac{\theta^2}{2} - C_C \frac{E_s - E_{m0}}{2E_0} \right) \quad (2.8)$$

beschrieben.

Hierbei ist E_0 die Energie der einfallenden Elektronen, E_{m0} der Energieverlust und E_s die Lage des zur energiegefilterten Abbildung verwendeten Energiefensters. Der Vektor $\vec{\rho}$ ist die Koordinate in der Bildebene, und ist mit der umgekehrten Vergrößerung auf die Dimension im Objekt zurückskaliert. Alle Anregungen mit der Energie E_{m0} , die aus dem Grundzustand $|0\rangle$ zu unterschiedlichen Endzuständen $|m\rangle$ des Objektes führen, tragen zur Stromdichte bei

$$j(\vec{\rho}) = \sum_m j_{m0}(\vec{\rho}), \quad (2.9)$$

wobei

$$j_{m0} = \frac{e\hbar}{2im_0} \left(\varphi_{m0}^* \frac{\partial \varphi_{m0}}{\partial z} - \varphi_{m0} \frac{\partial \varphi_{m0}^*}{\partial z} \right) \quad (2.10)$$

gilt.

Durch Einsetzen der Gleichung (2.6) in die Gleichung (2.10) erhält man für die Stromdichte in der Bildebene [Kohl und Rose 1985]

$$j(\vec{\rho}) = j_0 \sum_m \frac{k_m}{k_0 \lambda_m^2} \int B(\vec{\Theta}) \left| \int f_{m0}(k_m, k_0) T_a(\theta, E_{m0}) \exp(ik_m \vec{\theta} \cdot \vec{\rho}) d^2\theta \right|^2 d^2\vec{\Theta}. \quad (2.11)$$

Mit diesem Ausdruck ist es möglich, die Abbildung mit jeder Art unelastisch gestreuter Elektronen zu beschreiben.

2.5 Abbildung von Elementverteilungen

In diesem Abschnitt wird gezeigt, wie die Stromdichte im Elementverteilungsbild mit der Grundlage der linearen Abbildungstheorie beschrieben werden kann.

Die Stromdichte $j(\vec{\rho})$ besteht aus einem Untergrundanteil $j_U(\vec{\rho})$ und einem elementspezifischen Signal $j_S(\vec{\rho})$

$$j(\vec{\rho}) = j_S(\vec{\rho}) + j_U(\vec{\rho}). \quad (2.12)$$

Der Untergrundanteil entsteht aus der Anregung von Schalen niedrigerer Bindungsenergie. Wir vernachlässigen den Einfluß der Feinstruktur, die der Ionisationskante der freien Atome überlagert ist und setzen die Wellenfunktion des Targets gleich dem antisymmetrierten Produkt der Wellenfunktionen freier Atome, um die Stromdichte zu berechnen. Zum charakteristischen Signal $j_S(\vec{\rho})$ liefern alle Atome des betrachteten Elements in der Probe den gleichen Beitrag. Dabei nehmen wir an, daß der Einfluß der Mehrfachstreuung durch Verwenden eines dünnen Präparates ($d=30\text{\AA} - 300\text{\AA}$) vernachlässigbar klein

bleibt. Dies bedeutet für die Berechnung der Streuamplitude f_{m0} , daß man die 1.Bornsche Näherung für die Anregung des Targets aus dem Grundzustand $|0\rangle$ in den angeregten Zustand $|m\rangle$ verwenden kann

$$f_{m0}(\vec{k}_m, \vec{k}_0) = -\frac{m_0}{2\pi\hbar^2} \langle \vec{k}_m m | V_{EE} | \vec{k}_0 0 \rangle. \quad (2.13)$$

Dabei ist m_0 die Ruhemasse des Elektrons. Festkörpereffekte erzeugen im Energieverlustspektrum eine Feinstruktur im Bereich nach der Ionisationskante. In den für Elementverteilungsbildner üblicherweise verwendeten breiten Energiefenstern mittelt sich diese heraus [Weng und Rez 1988]. Daher kann man die Atome als unabhängig betrachten und den unelastischen Streuvorgang als Anregung eines einzelnen Atoms j an der Position $R_j = (\vec{r}_j, z_j)$ auffassen. Um zu beschreiben, welches Atom j in welchen Zustand $|n\rangle$ angeregt worden ist, wird für die Quantenzahl m , die den angeregten Zustand des Targets beschreibt, die Quantenzahlen j und n eingesetzt.

Dadurch erhält man dann für die Streuamplitude f_{m0} [Berger 1993]

$$f_{(jn)0}(\vec{q}) = \exp(i\vec{q}\vec{R}_j) f_{n0}^A(\vec{q}) \quad (2.14)$$

mit dem Streuvektor $\vec{q} = \vec{k}_0 - \vec{k}_n$. Die Streuamplitude für die unelastische Streuung an einem Atom im Ursprung wird dabei mit dem Matrixelement

$$\begin{aligned} f_{n0}^A(\vec{q}) &= -\frac{m_0}{2\pi\hbar^2} \langle \vec{k}_n n | V_A | \vec{k}_0 0 \rangle \\ &= -\frac{2}{q^2 a_H} \langle n | \exp(i\vec{q}\vec{r}) | 0 \rangle \end{aligned} \quad (2.15)$$

beschrieben. Dabei haben wir das Wechselwirkungspotential des einfallenden Elektrons mit den Z Elektronen des Atoms

$$V_A = \frac{\hbar^2}{m_0 a_H} \sum_{\nu=1}^Z \frac{1}{|\vec{r} - \vec{r}_\nu|} \quad (2.16)$$

eingesetzt, wobei a_H den Bohr'schen Radius bezeichnet. Es wird nun die Dipolnäherung eingeführt. Dazu wird die Exponentialfunktion in der Gleichung (2.15) nach Potenzen von $\vec{q}\vec{r}$ entwickelt

$$\exp(i\vec{q}\vec{r}) = 1 + i(\vec{q}\vec{r}) + O((\vec{q}\vec{r}))^2. \quad (2.17)$$

Bei kleiner Objektivapertur θ_0 und kleiner Beleuchtungsapertur θ_B tragen nur die Prozesse mit kleinem Streuvektor \vec{q} zum Bild bei. Daher ist es möglich, mit Ausnahme des Terms

1. Ordnung, alle anderen zu vernachlässigen.

Berücksichtigt man die Orthogonalitätsrelation $\langle n|0 \rangle = \delta_{n0}$, so erhält man für die Streuamplitude in der Dipolnäherung [Kohl und Rose 1985]

$$f_{n0}^A(\vec{q}) = -\frac{2i}{q^2 a_H} \langle n|\vec{q}\vec{r}|0 \rangle \quad (2.18)$$

$$= -\frac{2i\vec{q}}{q^2 a_H} \underbrace{\langle n|\vec{r}|0 \rangle}_{\text{Dipolmatrixelement}}. \quad (2.19)$$

Die Gültigkeit der Dipolnäherung für die Simulation von Elementverteilungsbildern wurde von Berger [Berger 1993] untersucht. Dazu wurden Dipolnäherung und Zentralfeldnäherung verglichen. Erst bei großen Objektivaperturen ($\theta=40\text{mrad}$) und gleichzeitig kleinen Energieverlusten ($E \leq 100 \text{ eV}$) ergeben sich signifikante Unterschiede zwischen den Ergebnissen in Zentralfeld- und Dipolnäherung. Damit ergibt sich für die Stromdichte eines Atoms im Ursprung

$$j_A(\vec{\rho}) = j_0 \sum_n \frac{k_n}{k_0 \lambda^2} \int B(\vec{\Theta}) \left| \int f_{n0}^A(\vec{q}) T_a(\vec{\theta}, E_{n0}) \exp(ik_n \vec{\theta} \cdot \vec{\rho}) d^2\vec{\theta} \right|^2 d^2\vec{\Theta}. \quad (2.20)$$

Die Bilder aller Probenatome addieren sich zum Gesamtbild $j_s(\vec{\rho})$

$$j_s(\vec{\rho}) = \int n_S(\vec{\rho}) j_A(\vec{\rho} - \vec{\rho}') d^2\vec{\rho}'. \quad (2.21)$$

Dieser Ausdruck lässt sich als Faltung der Elementverteilung, die durch die Atome pro Flächenelement $n_S(\vec{\rho})$ dargestellt wird, mit der Stromdichte eines Atoms im Ursprung $j_A(\vec{\rho})$ beschreiben

$$j_s(\vec{\rho}) = n_S(\vec{\rho}) * j_A(\vec{\rho}), \quad (2.22)$$

wobei $n_S(\vec{\rho})$ durch

$$n_S(\vec{\rho}) = \sum_j \delta(\vec{\rho} - \vec{\rho}_j) \quad (2.23)$$

gegeben ist. Die Abbildung 2.4 veranschaulicht die Entstehung des Gesamtbildes $j_s(\vec{\rho})$.

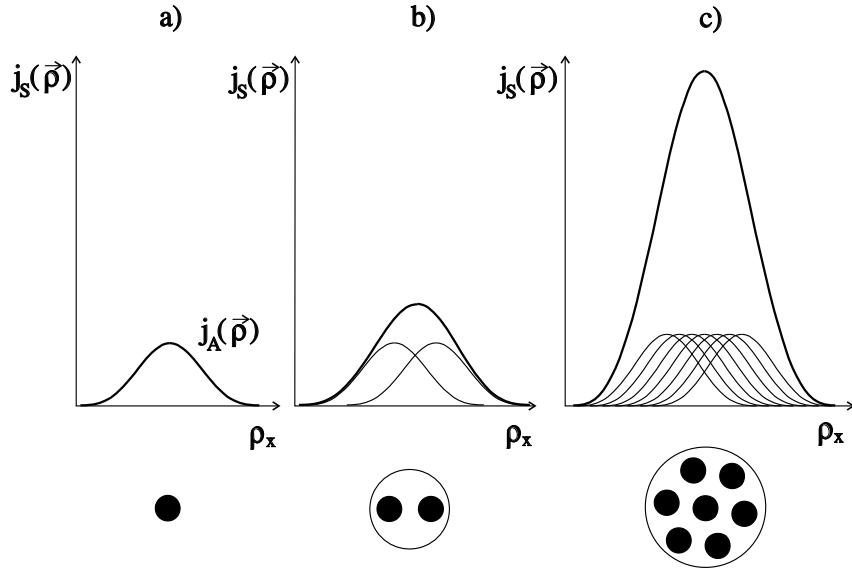


Abbildung 2.4: Prinzip der Entstehung des Elementverteilungsbildes a) bei einem Atom, b) einem Cluster von 2 Atomen, c) einem Cluster von 7 Atomen. Das Gesamtbild $j_S(\vec{\rho})$ (obere Linie) entsteht durch Überlagerung der Einzela-tombilder $j_A(\vec{\rho})$ (untere Linie), die an verschiedenen Stellen positioniert sind [Eckardt 1996].

Die Standardform der linearen Abbildungstheorie

$$J_S(\vec{\Omega}) = N_S(\vec{\Omega}) J_A(\vec{\Omega}) \quad (2.24)$$

erhält man, indem man Gleichung (2.21) fouriertransformiert. Dabei ist

$$J_S(\vec{\Omega}) = \int j_S(\vec{\rho}) e^{ik\vec{\Omega}\vec{\rho}} d^2\vec{\rho} \quad (2.25)$$

die Fouriertransformierte der Gesamtstromdichte,

$$J_A(\vec{\Omega}) = \int j_A(\vec{\rho}) e^{ik\vec{\Omega}\vec{\rho}} d^2\vec{\rho} \quad (2.26)$$

die Fouriertransformierte der Stromdichte eines Atoms und

$$N_S(\vec{\Omega}) = \int n_S(\vec{\rho}) e^{ik\vec{\Omega}\vec{\rho}} d^2\vec{\rho} \quad (2.27)$$

die Fouriertransformierte der Elementverteilung $n_S(\vec{\rho})$. Bei einer bekannten Objektstruktur sind $n_S(\vec{\rho})$ und $N_S(\vec{\Omega})$ vorgegeben. Um dann eine Aussage über $J_S(\vec{\Omega})$ zu treffen, ist nur noch $J_A(\vec{\Omega})$ zu bestimmen. $J_A(\vec{\Omega})$ läßt sich in

$$J_A(\Omega) = j_0 \sigma_S H(\Omega) \quad (2.28)$$

zerlegen. Dabei ist j_0 die Stromdichte in der Objektebene, σ_S der partielle Wirkungsquerschnitt, $H(\Omega) = \frac{J_A(\Omega)}{j_0 \sigma_S}$ die Übertragungsfunktion des Mikroskops mit $H(0)=1$. Letztere beschreibt, wie gut eine Raumfrequenz $\frac{\vec{\Omega}}{\lambda}$ übertragen wird. Diese Übertragungsfunktion $H(\vec{\Omega})$ wurde von Berger [Berger 1993] berechnet.

Durch Einsetzen der Gleichung (2.28) in die Standardform der linearen Abbildungstheorie (2.24) erhält man

$$J_S(\vec{\Omega}) = j_0 \sigma_S N_S(\vec{\Omega}) H(\vec{\Omega}). \quad (2.29)$$

Berücksichtigt man die Übertragungsfunktion des Detektors, die zusätzlich einen Einfluß auf das Meßsignal ausübt, so ergibt sich ein multiplikativer Faktor $M(\vec{\Omega})$ in Gleichung (2.29) [Hülk 1998]. Somit erhält man für die Stromdichte im Elementverteilungsbild:

$$\begin{aligned} j_S(\vec{\rho}) &= \frac{k^2}{4\pi^2} \int J_S(\Omega) \exp(-ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\Omega \\ &= \frac{k^2}{4\pi^2} \int j_0 \sigma_S N_S(\vec{\Omega}) H(\vec{\Omega}) M(\vec{\Omega}) \exp(-ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\Omega. \end{aligned} \quad (2.30)$$

Die Übertragungsfunktion $M(\vec{\Omega})$ des Detektors hat die Form

$$M(\vec{\Omega}) = D(\vec{\Omega}) S(\vec{\Omega}) = \int m(\vec{\rho}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\vec{\rho}, \quad (2.31)$$

wobei

$$D(\vec{\Omega}) = \int d(\vec{\rho}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\vec{\rho} \quad (2.32)$$

die Übertragungsfunktion des idealen Detektors, und

$$S(\vec{\Omega}) = \int s(\vec{\rho}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\vec{\rho} \quad (2.33)$$

die Übertragungsfunktion des Szintillators ist.

Dabei ist

$$d(\vec{\rho}) = \begin{cases} \frac{1}{\Delta x^2} & : x, y \in [-\frac{\Delta x}{2}, \frac{\Delta x}{2}] \\ 0 & : \text{sonst} \end{cases}$$

die Impulsantwortfunktion des idealen Detektors. Die Größe Δx kennzeichnet die Seitenlänge eines auf die Objektebene zurückbezogenen Detektorpixels. Die Impulsantwortfunktion des Szintillators und der Fiberoptik $s(\vec{\rho})$ kann mit

$$s(\vec{\rho}) = \sum_{i=1} a_i \exp(-b_i x^2) \quad (2.34)$$

näherungsweise als Summe von Gaußfunktionen geschrieben werden.

2.6 Der partielle Wirkungsquerschnitt

Der partielle Wirkungsquerschnitt σ_S ist ein Maß für die Wahrscheinlichkeit, daß ein einfallendes Elektron durch eine Wechselwirkung mit dem Streupotential eines Targets in einen Raumwinkel Ω gestreut wird und dabei einen Energieverlust E im Intervall $[E - \delta E/2, E + \delta E/2]$ erleidet. Um σ_s zu bestimmen, wird der doppelt differentielle Wirkungsquerschnitt

$$\frac{d^2\sigma_S}{d\Omega dE} = \sum_n |f_{n0}^A|^2 \delta(E - E_n) \quad (2.35)$$

integriert zu

$$\sigma_S(\Theta_B, \theta_0, E, \delta E) = \int_{E-\frac{\delta E}{2}}^{E+\frac{\delta E}{2}} \int_0^{\theta_0} \frac{d^2\sigma}{d\Omega dE} d\Omega dE. \quad (2.36)$$

Der doppelt differentielle Wirkungsquerschnitt in Dipolnäherung lautet [Egerton 1989]

$$\frac{d^2\sigma_S}{d\Omega dE} = \frac{4a_H E_H^2}{EE_0} \frac{df}{dE} \frac{1}{\theta_E^2 + \theta_E^2} \quad (2.37)$$

mit der Rydbergenergie $E_H = 13.6\text{eV}$, der optischen Oszillatorstärke $\frac{df}{dE}$, dem charakteristischen Streuwinkel $\theta_E = \frac{E}{2E_0}$, dem Energieverlust E und der kinetischen Energie der Elektronen E_0 .

Um die Abhängigkeit des Wirkungsquerschnitts σ_S von den Geräteparametern zu untersuchen, wird σ_S in einen energie- und einen winkelabhängigen Teil zerlegt. Dabei wird

die Variation des charakteristischen Streuwinkels θ_E innerhalb des Energiefensters vernachlässigt

$$\sigma_S(\Theta_B, \theta_0, E, \delta E) = c_S(E, \delta E) \tilde{\sigma}(\theta_B, \theta_0, \theta_E). \quad (2.38)$$

Die Abhängigkeit von der Energiefensterbreite δE und dem Energieverlust E wird durch den Parameter c_S beschrieben

$$c_S(E, \delta E) = \int_{E - \frac{\delta E}{2}}^{E + \frac{\delta E}{2}} \frac{E_H^2}{EE_0} \frac{df}{dE} dE. \quad (2.39)$$

$\tilde{\sigma}(\Theta_B, \theta_0, \theta_E)$ ist der normierte partielle Wirkungsquerschnitt und beschreibt die Abhängigkeit vom Beleuchtungswinkel θ_B , dem Objektivaperturwinkel θ_0 und dem charakteristischen Streuwinkel θ_E . Im Fall der axialen Beleuchtung ($\Theta_B = 0$) erhält man

$$\tilde{\sigma}(\Theta_B = 0, \theta_0, \theta_E) = 4\pi a_H^2 \ln(1 + \frac{\theta_0^2}{\theta_E^2}). \quad (2.40)$$

Der partielle Wirkungsquerschnitt $\sigma(\Theta_B = 0, \theta_0, E, \delta E)$ kann bei einer mittleren Energiefensterbreite δE_n und einem typischen Streuwinkel $3\theta_E$ bestimmt werden [Eckardt 1996]

$$\sigma(\Theta_B = 0, \theta_0, E, \delta E) = \frac{\delta E}{\delta E_n} \frac{\tilde{\sigma}(\Theta_B = 0, \theta_0, \theta_E)}{\tilde{\sigma}(\Theta_B = 0, \theta_0 = 3\theta_E, \theta_E)} \sigma(\Theta_B = 0, \theta_0 = 3\theta_E, E, \delta E_n). \quad (2.41)$$

Durch Einsetzen der Gleichung (2.40) in die Gleichung (2.41) erhält man für den partiellen Wirkungsquerschnitt

$$\sigma(\Theta_B = 0, \theta_0, E, \delta E) = \frac{\delta E}{\delta E_n} \frac{\ln(1 + \frac{\theta_0^2}{\theta_E^2})}{\ln 10} \sigma(\Theta_B = 0, \theta_0 = 3\theta_E, E, \delta E_n). \quad (2.42)$$

Kapitel 3

Das Signal-Rausch-Verhältnis

In diesem Kapitel werden die statistischen Eigenschaften eines Elementverteilungsbildes untersucht. Wird entlang einer Strecke im Elementverteilungsbild einer Probe ein Linescan durchgeführt, so erwartet man ein höheres Signal an den Stellen, an denen das interessierende Element vorhanden ist. Dem Signal ist unvermeidlich ein Rauschen überlagert, das die Interpretation des Bildes erschwert. Zur Untersuchung des Rauschens ist es erforderlich, die Registrierung des Bildes zu betrachten. Die Bildebene wird in kleine quadratische Bildelemente (Pixel) gleicher Fläche

$$\Delta F(\vec{\rho}_{ij}) := \Delta F_{ij} := \Delta x^2 \quad (3.1)$$

eingeteilt. Die Anzahl der Elektronen, die während der Belichtungszeit τ auf jedes Pixel treffen, wird mit einem Detektor gezählt. Dabei ist für unendlich lange Belichtungszeiten die registrierte Elektronenzahl N_{ij} der Stromdichte $j(\vec{\rho})$ in der Bildebene proportional

$$\lim_{\tau \rightarrow \infty} N_{ij} = \frac{\tau}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j(\vec{\rho}) d^2 \vec{\rho}. \quad (3.2)$$

Um eine Strahlenschädigung oder Drift des Objekts möglichst gering zu halten arbeitet man mit beschränkter Belichtungszeit. Dadurch tritt eine statistische Abweichung von dieser Proportionalität auf. Dieser unvermeidliche Fehler bei der Messung wird Quantenrauschen genannt. Für die sinnvolle Interpretation der Elementverteilungsbilder ist es notwendig, daß das Rauschen deutlich kleiner als das elementspezifische Signal ist. Darauf muß die Abhängigkeit des Elementverteilungsbildes von experimentellen Größen, die einen Einfluß auf Signal und Rauschen ausüben, untersucht werden.

Wegen der geringen Teilchendichte ist es möglich, die registrierten Elektronen N_{ij} mit einer Poisson-Verteilung zu beschreiben

$$P(N_{ij}) = \frac{< N_{ij} >^{N_{ij}}}{(N_{ij})!} \exp[-< N_{ij} >]. \quad (3.3)$$

Somit ist die Varianz der detektierten Elektronenzahlen $\text{var}(N_{ij})$ gleich dem Erwartungswert dieser registrierten Elektronenzahlen $< N_{ij} >$

$$\text{var}(N_{ij}) = < (N_{ij} - < N_{ij} >)^2 > = < N_{ij} > \quad (3.4)$$

mit

$$< N_{ij} > = \frac{\tau}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j(\vec{\rho}) d^2 \vec{\rho}. \quad (3.5)$$

Die Gesamtintensität N_{ij} ist von einem Untergrund N_{ij}^U überlagert, der von der Anregung von Atomschalen niedriger Bindungsenergie stammt. Um elementspezifische Signale N_{ij}^S zu erhalten, wird von der Gesamtintensität der Untergrund abgezogen

$$N_{ij}^S = N_{ij} - N_{ij}^U. \quad (3.6)$$

Für die Mittelwerte der Intensität des Elementverteilungsbildes gilt dann

$$< N_{ij}^S > = < N_{ij} > - < N_{ij}^U > \quad (3.7)$$

mit

$$< N_{ij}^S > = \frac{\tau}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j_S(\vec{\rho}) d^2 \vec{\rho} \quad (3.8)$$

$$< N_{ij}^U > = \frac{\tau}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j_U(\vec{\rho}) d^2 \vec{\rho}. \quad (3.9)$$

Die Varianz der Intensitäten des Elementverteilungsbildes $\text{var}(N_{ij}^S)$ ergibt sich nach den Gesetzen der Statistik als Summe der einzelnen Varianzen.

N_{ij}^S setzt sich also aus den statistischen Schwankungen der Gesamtzahl der detektierten Elektronen und dem statistischen Fehler bei dem Untergrundabzug zusammen

$$\text{var}(N_{ij}^S) = \text{var}(N_{ij}) + \text{var}(N_{ij}^U). \quad (3.10)$$

Wegen der Poisson-Statistik lässt sich (3.10) schreiben als

$$\text{var}(N_{ij}^S) = \langle N_{ij} \rangle + \text{var}(N_{ij}^U) \quad (3.11)$$

$$= \underbrace{\langle N_{ij}^S \rangle}_{\langle N_{ij} \rangle} + \underbrace{\langle N_{ij}^U \rangle}_{\langle N_{ij}^U \rangle} + \text{var}(N_{ij}^U)$$

$$= \langle N_{ij}^S \rangle + \underbrace{\left(1 + \frac{\text{var}(N_{ij}^U)}{\langle N_{ij}^U \rangle}\right)}_{\langle N_{ij}^U \rangle + \text{var}(N_{ij}^U)} \langle N_{ij}^U \rangle$$

$$\text{var}(N_{ij}^S) = \langle N_{ij}^S \rangle + h_{ij} \langle N_{ij}^U \rangle. \quad (3.12)$$

Der Parameter

$$h_{ij} = 1 + \frac{\text{var}(N_{ij}^U)}{\langle N_{ij}^U \rangle} \quad (3.13)$$

ist ein Maß für die Qualität der Untergrundsubtraktion. Er gibt an, wie stark die statistische Unsicherheit $\text{var}(N_{ij})$ durch den Fehler bei der Extrapolation des Untergrunds vergrößert wird. h_{ij} hängt nur von den Energiefensterpositionen E_S , E_{u1} , E_{u2} und vom Parameter r_{ij} ab, welcher angibt, wie stark das Untergrundprofil gekrümmmt ist.

Die Abhängigkeit von r_{ij} kann vernachlässigt werden, wenn die Breite des Extrapolationsgebietes klein gegenüber dem Energieverlust $E_S - E_{u1} \ll E_S$ ist.

Dadurch erhält man eine Näherung für h_{ij} [Berger 1993]

$$h_{ij} \approx h = \frac{3}{2} + 2 \left(\frac{\Delta E_{su}}{\Delta E_u} \right)^2 \quad (3.14)$$

mit

$$\frac{\Delta E_{su}}{\Delta E_u} = \frac{E_S - \frac{1}{2}(E_{u1} + E_{u2})}{E_{u2} - E_{u1}}. \quad (3.15)$$

Sinnvolle Informationen über das Objekt kann man aus den Elementverteilungsbildern N_{ij}^S entnehmen, wenn die elementspezifischen Signale $\langle N_{ij}^S \rangle$ groß gegenüber den statistischen Schwankungen $\Delta N_{ij}^S = \sqrt{\text{var}(N_{ij}^S)}$ sind. Durch Bildung des Quotienten aus dem charakteristischen Signal und der statistischen Schwankung erhält man das Signal-Rausch-Verhältnis (englisch: Signal-to-Noise-Ratio (SNR))

$$\left(\frac{S}{N}\right)_{ij} = \frac{\langle N_{ij}^S \rangle}{\sqrt{\text{var}(N_{ij}^S)}}. \quad (3.16)$$

Mit dem SNR ist es möglich, eine Aussage darüber zu treffen, ob überhaupt ein Element im Elementverteilungsbild nachgewiesen wird oder nicht. Durch das Einsetzen des Ausdrucks (3.12) in die Formel (3.16) ergibt sich

$$\left(\frac{S}{N}\right)_{ij} = \frac{\langle N_{ij}^S \rangle}{\sqrt{\langle N_{ij}^S \rangle + h \langle N_{ij}^U \rangle}} \sqrt{DQE}. \quad (3.17)$$

In der Gleichung (3.17) wurde der Faktor \sqrt{DQE} ergänzt. Dieser berücksichtigt den Einfluß des Rauschanteils der CCD-Kamera auf das SNR. Die DQE (detection quantum efficiency) ist ein Maß für die dem Bild beim Detektionsprozeß hinzugefügten Rauschanteile. Das SNR besagt, wie gut sich das elementspezifische Signal $\langle N_{ij}^S \rangle$ von seiner statistischen Schwankung abhebt. Nach dem Rose-Kriterium [Rose 1970] ist ein Signal vom Rauschen eindeutig unterscheidbar, wenn das SNR größer als 5 ist.

Kapitel 4

Programme

In diesem Kapitel wird das Intensitätsprofil und das SNR im Sauerstoffverteilungsbild einer Silicon-on-Insulator (SOI)-Struktur mit Hilfe von Simulationsprogrammen untersucht. Als experimentelle Vergleichsprobe dient ein Querschnittspräparat einer SOI-Struktur, bei der eine Si-Schicht durch einen Isolator - eine vergrabene Oxidschicht - vom eigentlichen Si-Substrat separiert ist. Vor der Berechnung des SNR im Sauerstoffverteilungsbild muß der Intensitätsverlauf dieses Bildes nach der Gleichung (2.30) simuliert werden. Dies geschieht im Abschnitt 4.1. Erst danach ist es möglich, von der Gleichung (3.17) ausgehend das SNR der Sauerstoffverteilung zu berechnen.

4.1 Simulation einer SOI-Struktur

Um den Intensitätsverlauf im Elementverteilungsbild zu simulieren, wird die normierte Sauerstoff-Verteilung $\frac{n_S(\vec{\rho})}{n_S}$ fouriertransformiert, mit der Übertragungsfunktion des Detektors $M(\vec{\Omega})$ und des Mikroskops $H(\vec{\Omega})$ multipliziert und in den Ortsraum rücktransformiert

$$f(\vec{\rho}) = \frac{k^2}{(2\pi)^2} \int N(\vec{\Omega}) M(\vec{\Omega}) H(\vec{\Omega}) \exp(-ik\vec{\Omega}\cdot\vec{\rho}) d^2\vec{\Omega}. \quad (4.1)$$

Diese Gleichung erhält man aus der Beziehung (2.30).

Dabei gibt $f(\vec{\rho})$ den Anteil der Intensität an der Pixelposition $\vec{\rho}$ an, der durch die Streuung der Elektronen an der betrachteten Elementsorte verursacht wird. Für die Simulation ist sowohl die Sauerstoff-Verteilung $n_S(\vec{\rho})$ in der Probe als auch die Übertragungsfunktion des

Mikroskops $H(\Omega)$ und des Detektors $M(\Omega)$ erforderlich. Die beiden Übertragungsfunktionen werden als bekannt vorausgesetzt. Wie die normierte Sauerstoff-Verteilungsfunktion aussieht, muß noch untersucht werden. Die Struktur der Sauerstoffschicht wurde zuerst näherungsweise mit einer Rechteckfunktion beschrieben und mit den experimentell aufgezeichneten Sauerstoffverteilungsbildern verglichen. Jedoch war die Übereinstimmung zwischen theoretischen und experimentellen Bildern nicht zufriedenstellend. Ein Grund dafür könnten die Diffusionsprozesse der Sauerstoffatome an den Grenzschichten Si/SiO₂/Si sein, die an den Rändern der Oxidschicht für ein stetig abfallendes Konzentrationsgefälle sorgen [Hülk 1998]. Die reale Objektstruktur wird wegen des Gefälles an den Grenzschichten als trapezförmig angenommen. Die Abbildung 4.1 zeigt die Modellbilder für das Elementverteilungsbild und das Profil.

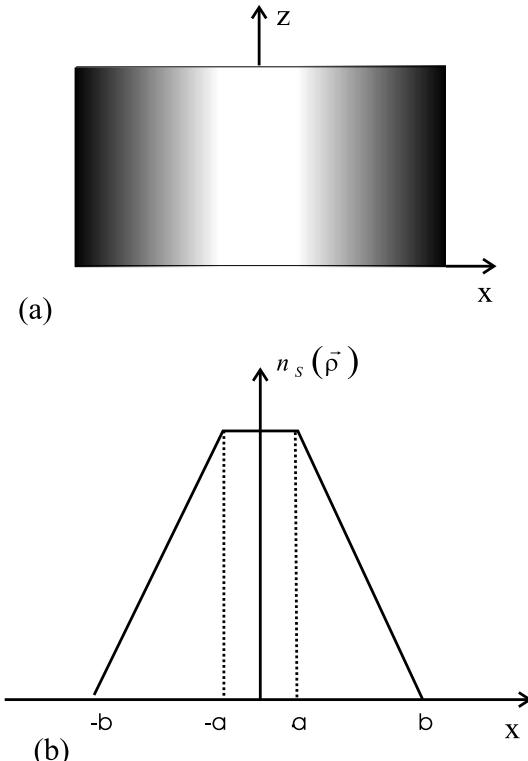


Abbildung 4.1: Trapezmodell (Die Intensität der Oxidschicht nimmt durch Diffusion nach außen hin linear ab.) a) Elementverteilungsbild b) Konzentrationsprofil der SOI-Struktur

Unter dieser Annahme erhält man für die Fouriertransformierte der Sauerstoff-Verteilung

$$N(\vec{\Omega}) = \int \frac{n_S(\vec{\rho})}{n_S} \exp(ik\vec{\Omega}\vec{\rho}) d^2\vec{\rho}. \quad (4.2)$$

Näherungsweise geht man von einer unendlich langen Probe aus, der Intensitätsverlauf in y-Richtung wird also als konstant betrachtet. Dadurch führt die y-Integration zu einer Dirac'schen δ -Funktion, die bei der Rücktransformation wieder zu 1 wird. Daher ist es möglich, die Integration nur in x-Richtung durchzuführen. Wegen der Spiegelsymmetrie von $N(\vec{\Omega})$ lässt sich die Beziehung (4.2) vereinfachen zu

$$N(\Omega) = 2 \int_0^b \frac{n_S(\vec{\rho})}{n_S} \cos(k\Omega x) dx \quad (4.3)$$

$$N(\Omega) = 2 \int_0^a \cos(k\Omega x) dx + \int_a^b \left(-\frac{1}{b-a}x + \frac{b}{b-a}\right) \cos(k\Omega x) dx \quad (4.4)$$

$$N(\Omega) = \frac{2}{(b-a)} \frac{1}{(k\Omega)^2} [\cos(ak\Omega) - \cos(bk\Omega)]. \quad (4.5)$$

Durch Einsetzen der Fouriertransformierten der normierten Sauerstoff-Verteilung (4.5) in die Gleichung (4.6) und unter Beachtung der Symmetrie der Struktur erhält man

$$f(\Delta x) = \frac{k}{2\pi} \int \frac{2}{(b-a)} \frac{1}{(k\Omega)^2} [\cos(ak\Omega) - \cos(bk\Omega)] M(\Omega) H(\Omega) \exp(-ik\Omega\rho) d\Omega. \quad (4.6)$$

Zur Berechnung des Profils wurde das Programm SNR3.FOR erstellt, das zusätzlich das SNR berechnet.

4.2 SNR in Sauerstoffverteilungsbildern

Die trapezförmige Struktur der Oxidschicht im Silicium wird von der allgemeinen Gleichung (3.17) ausgehend untersucht. Unter Verwendung der Gleichungen (3.8), (3.9), (4.6) und der Dosis $D = \frac{i_0}{e}\tau$ erhält man für die Mittelwerte des Signals $\langle N_{ij}^S \rangle$ und des Untergrunds $\langle N_{ij}^U \rangle$

$$\langle N_{ij}^S \rangle = D n_S \sigma_S \Delta x f(\Delta x) \quad (4.7)$$

$$\langle N_{ij}^U \rangle = D n_m \sigma_U \Delta x f(\Delta x) + D n_a \sigma_U (\Delta x^2 - \Delta x f(\Delta x)) \quad (4.8)$$

mit der Flächenteilchendichte der Silicium-Atome innerhalb und außerhalb der Oxidschicht n_m , n_a und dem Wirkungsquerschnitt des Sauerstoffs in der Oxidschicht und der Siliciumatome außerhalb der Oxidschicht σ_S , σ_U . Setzt man (3.8) und (3.9) in die Gleichung (3.14) ein, so ergibt sich für das SNR im Sauerstoffverteilungsbild

$$\left(\frac{S}{N}\right) = \frac{f_k(\Delta x)\sqrt{(DQE)Dn_S^2\Delta x\sigma_S^2}}{\sqrt{f_k(\Delta x)(n_S\sigma_S + h[\sigma_U(n_m - n_a)]) + h[n_a\sigma_U\Delta x]}}. \quad (4.9)$$

Um sinnvolle Aussagen über die Sauerstoffverteilungsbilder zu machen, ist es notwendig, das SNR zu maximieren. Das geschieht durch die optimale Einstellung der Geräteparame-
ter [Berger 1993].

Allgemeine, vom speziellen Mikroskop unabhängige Aussagen über die optimalen Geräteparame-
ter können gemacht werden, indem man mit Hilfe der Normierungsfaktoren

$$\theta_n = \sqrt[4]{\frac{\lambda}{C_S}} \quad (4.10)$$

$$\Delta f_n = \sqrt{C_S \lambda} \quad (4.11)$$

$$\delta E_n = \sqrt{\frac{C_S \lambda}{C_C}} eU_0 \quad (4.12)$$

$$d_n = \sqrt[4]{C_S \lambda^3} \quad (4.13)$$

die folgenden normierten Parameter einführt

$$\vartheta_0 = \frac{\theta_0}{\theta_n} : \text{normierter Objektivaperturwinkel} \quad (4.14)$$

$$\Delta = \frac{\Delta f}{\Delta f_n} : \text{normierte Defokussierung} \quad (4.15)$$

$$\kappa = \frac{\delta E}{\delta E_n} : \text{normierte Energiefensterbreite} \quad (4.16)$$

$$\Delta \hat{x} = \frac{\Delta x}{d_n} : \text{normierte Pixelbreite}. \quad (4.17)$$

Normiert man die Gleichung (4.9), so erhält man für das SNR

$$\left(\frac{S}{N}\right) = \frac{f_k(\Delta \hat{x})\sqrt{DQE Dn_S^2 \Delta \hat{x} d_n^2 \sigma_S^2} \sqrt{\frac{\ln\left(1+\frac{\theta_0^2}{\theta_E^2}\right)}{\frac{\delta E}{\delta E_n} \frac{\ln 10}{\ln 10}}}}{\sqrt{f_k(\Delta \hat{x})(n_S\sigma_S + h(n_g\sigma_g - n_k\sigma_k)) + h n_k \sigma_k \Delta \hat{x}}}. \quad (4.18)$$

Das SNR und der Intensitätsverlauf eines Elementverteilungsbildes sind sowohl von der Geometrie und der chemischen Zusammensetzung der Probe als auch von den Abbildungseigenschaften des Mikroskops abhängig. Die Öffnungs- und Farbfehler der Objektivlinsen und die Beschleunigungsspannung sind für das Mikroskop charakteristisch und können in der Regel nicht variiert werden. Frei wählbare Parameter sind dagegen die Größe der Objektiv- und Beleuchtungsaperturblende, die Vergrößerung, die Defokussierung, die Position und die Breite des Energiefensters.

In der Abbildung (4.2) und der Tabelle (4.1) werden die in Fortran-77 geschriebenen Programme erläutert, die den Intensitätsverlauf und das SNR im Elementverteilungsbild berechnen.

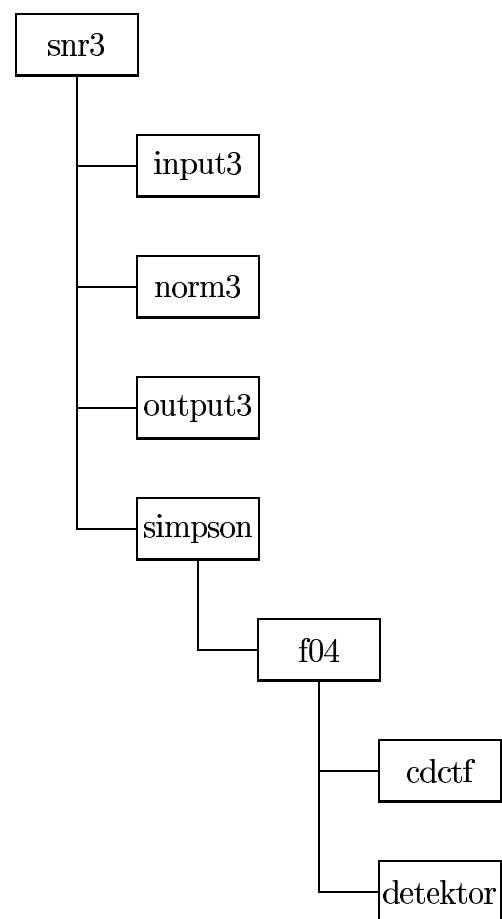


Abbildung 4.2: Programm SNR.FOR

Name	Typ	Funktion
SNR3.FOR	Hauptprogramm	Berechnung und Ausgabe des Intensitätsverlaufs und des SNR im Elementverteilungsbild
INPUT3.FOR	Unterprogramm	Angabe der Geräte- und Probendaten
NORM3.FOR	Unterprogramm	Umrechnung der Daten, Berechnung der Dosis und Normierungskonstanten sowie der normierten Parameter
OUTPUT3.FOR	Unterprogramm	Ausgabe der Daten
SIMPSON.FOR	Unterprogramm	Integrationsroutine nach dem Simpson-Verfahren
F04.FOR	Funktion	Berechnung der Funktion $f(\rho)$
CDCTF.FOR	Unterprogramm	Berechnung der Übertragungsfunktion des Mikroskops
DETEKTOR.FOR	Unterprogramm	Berechnung der Übertragungsfunktion des Detektors

Tabelle 4.1: Kurzbeschreibung des Programms SNR3.FOR und dazugehöriger Unterprogramme

Kapitel 5

Ergebnisse

Zur quantitativen Auswertung der Beziehungen (4.6) und (4.18) wurden die Beschleunigungsspannung $U_0=80\text{ kV}$ und die Linsenfehler ($C_S=2.2\text{ mm}$, $C_C=1.7\text{ mm}$) des EM902 von ZEISS benutzt. Die Parameter a_i, b_i der Impulsantwortfunktion des Szintillators wurden experimentell für die Übertragungsfunktion der CCD-Kamera (MSC794 von Gatan) von Hülk bestimmt [Hülk 1998] und in das Programm DETEKTOR.FOR eingesetzt. Zur Berechnung der Übertragungsfunktion des Mikroskops wurde das Programm CDCTF.FOR von Berger [Berger 1993] und zur Berechnung der WQS das Programm WQS.FOR von Schorsch [Schorsch 1991] benutzt. Um die theoretischen mit den experimentellen Ergebnissen zu vergleichen, wurde anhand eines Sauerstoffverteilungsbildes das Intensitätsprofil und das SNR senkrecht zur Oxidschicht bestimmt. Die Abbildung 5.1 zeigt das aufgezeichnete Sauerstoffverteilungsbild, 5.2 und 5.3 die Struktur und das SNR aus Theorie und Experiment. Die experimentellen Untersuchungen wurden von Müller durchgeführt. Für die Abbildung der Sauerstoffverteilung bei einem Energieverlust von 547 eV wurden die Abbildungsparameter aus der Tabelle 5.1 verwendet.

Um den Untergrund zu berechnen, wurde eine Bildserie aus drei Bildern unterhalb der Sauerstoff Kante aufgezeichnet. Mit der pixelweisen Angleichung des Potenzgesetzes (2.2) an den energieabhängigen Verlauf der Bildsignale der Bildserie wurden die Parameter a und r und ihre Varianzen berechnet. Dabei wurde das Untergrundmodell 'weighted linear least squares fit' benutzt. Bei dieser Methode minimiert man die gewichtete Summe der quadratischen Abweichungen des angefitteten Untergrundmodells von den experimentellen Meßwerten. Die beste Gerade, die angefittet wurde, führt zu einem Minimum der Summe und ergibt die bestmöglichen Parameter a und r [Trebbia 1988]. Die gewichtete

Geräteparameter			
E_{U1} [eV]	442	θ_0 [mrad]	10
E_{U2} [eV]	477	Θ_B [mrad]	≈ 0
E_{U3} [eV]	512	δE [eV]	30
E_S [eV]	547	Δf [nm]	≈ 0
τ [s]	30	Δx [nm]	1.3795
DQE	0.5	j_0 [A/cm ²]	3.099

Tabelle 5.1: Für Simulation und Experiment benutzte Geräteparameter

Summe lautet

$$\varepsilon^2 = \sum_{i=1}^n W_i [\ln(I_i) - (Fit_i)]^2. \quad (5.1)$$

Dabei sind I_i experimentell bestimmte Intensitäten der registrierten Elektronen vor der Ionisationskante und für Fit_i gilt:

$$Fit_i = \ln(a) - r \ln(E_i) = A - r x_i. \quad (5.2)$$

Die Fit_i sind gegebend durch die an die Meßwerte angefittete Gerade. Die Wichtungen einzelner quadratischen Abweichung lauten

$$W_i = \frac{1}{var(Fit_i)} \cong \exp(Fit_i), \quad (5.3)$$

wobei $\exp(Fit_i)$ die wahrscheinlichsten Intensitäten für den Untergrundverlauf sind. Um die Wichtungen W_i bei den Intensitäten $\exp(Fit_i)$ schätzen zu können, wird angenommen, daß die detektierten experimentellen Intensitäten mit einer Poisson-Verteilung (3.3) beschrieben werden können. Die einzelnen Wichtungen sind a priori nicht bekannt. Man nimmt die detektierten Signale als Anfangswerte und schätzt die richtige Wichtung in einem iterativen Vorgang [Pun et al. 1985]. Die aus dieser Methode bestimmten Parameter a und r werden benutzt, um den Untergrund beim Energieverlust $E_s=547\text{eV}$ zu

extrapolieren. Aus (5.2) erhält man die Intensität des Untergrunds

$$I_U = \exp[\ln(a) - r \ln(E)] \quad (5.4)$$

$$I_U = a E^{-r}. \quad (5.5)$$

Nachdem für jeden Bildpunkt der Untergrundanteil subtrahiert wurde, erhielt man das charakteristische Signal in den einzelnen Bildelementen (Abbildung 5.1). Zur Intensität in den einzelnen Bildelementen tragen alle unelastisch gestreuten Elektronen aus dem Energieintervall $[(547 - 15) \text{ eV}, (547 + 15) \text{ eV}]$ bei. Die Breite der Energiefenster wurde auf die Werte $\delta E \leq 20 \text{ eV}$ gesetzt, um den Einfluß der chromatischen Linsenfehler der Objektivlinse des Mikroskops gering zu halten. Um das SNR (3.17) aus den detektierten Intensitäten zu berechnen, muß noch der Parameter h (3.13) bzw. die Varianz $\text{var}(I_U) = \text{var}(N_{ij}^U)$ bestimmt werden. Letztere läßt sich mit Fehlerfortpflanzung berechnen [Müller 1998]

$$\text{var}(I_U) = \left(\frac{\partial I_U}{\partial A} \right)^2 \text{var}(A) + \left(\frac{\partial I_U}{\partial r} \right)^2 \text{var}(r) + \left(\frac{\partial I_U}{\partial A} \right) \left(\frac{\partial I_U}{\partial r} \right) \text{covar}(A, r). \quad (5.6)$$

Nachdem der Untergrundanteil von der Gesamtintensität der vom Detektor registrierten Elektronen aus dem Energieintervall $[(547-15)\text{eV}, (547+15)\text{eV}]$ nach dem Prinzip (5.5) subtrahiert wurde, konnte das Sauerstoffverteilungsbild, das in der Abbildung 5.1 gezeigt wird, berechnet werden.

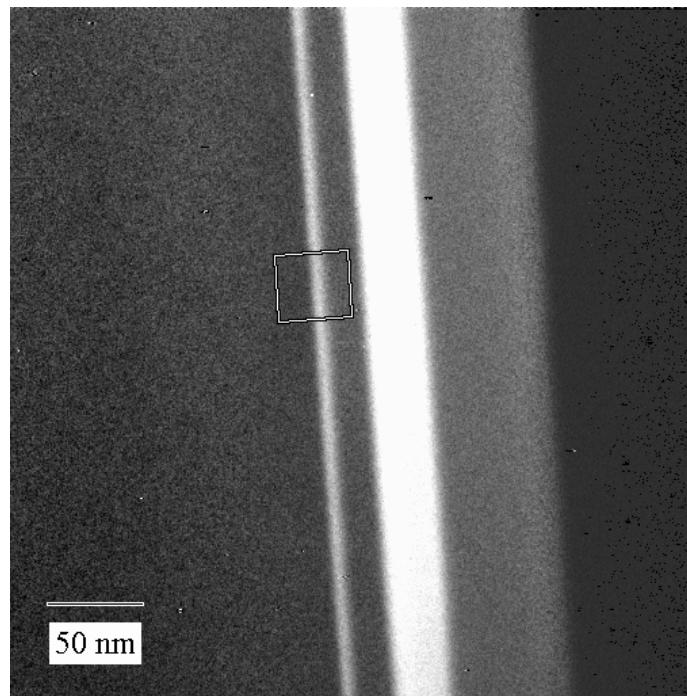


Abbildung 5.1: Sauerstoffverteilungsbild (Das durch das Quadrat begrenzte Gebiet markiert den für die Intensitäts- und SNR-Bestimmung benutzten Bereich aus dem Sauerstoffverteilungsbild) [Müller 1998]

Entgegen der Erwartung, nur eine helle Linie im Elementverteilungsbild zu sehen, die ihre Ursache in der vergraben Oxidschicht hat, erkennt man in der Abbildung 5.1 zwei Linien, die von den Sauerstoffatomen aus der Probe stammen. Die breitere Linie wurde als eine natürliche Oxidschicht auf der Oberfläche eines Silicium-Layers und die dünne als vergrabene Oxidschicht gedeutet [Hülk 1998]. Die Intensitäts- und SNR-Bestimmung wurde in der markierten Stelle (siehe Abbildung 5.1) durchgeführt. Wegen der statistischen Schwankung der Intensitäten wurde für den experimentellen Intensitätsverlauf (Abbildung 5.2) ein Mittelwert der Intensitäten aus 50 Pixeln gebildet. Auch das SNR wurde pixelweise berechnet und eine Mittelung über 50 Pixel vorgenommen (Abbildung 5.3). Vergleicht man die Intensitätsprofile (Abbildung 5.2) aus Theorie und Experiment, so stellt sich

heraus, daß das gemessene Profil eine kleine Abweichung von der in Gleichung (4.3) angenommenen Achsensymmetrie aufweist. Besonders auffällig ist die erhöhte Intensität im rechten Teil des Profils, die für die Asymmetrie der Struktur sorgt. Da sich die natürliche Oxidschicht auf der rechten Seite der Probe befindet, ist die Erhöhung der Intensität als ein Ausläufer der Sauerstoffatome aus dieser Schicht zu erklären. Eine Abweichung von der Symmetrie kann zusätzlich von den Dickenunterschieden an verschiedenen Stellen der Probe, aber auch von einer Verkippung der Oxidschicht in Silicium herrühren. Die fast konstant bleibenden Signale auf der linken Seite der Kurve, die man in der Theorie nicht erwartet, könnten von einer homogenen Verteilung der Oxidschicht auf der Oberfläche der Probe stammen, die im Simulationsprogramm nicht berücksichtigt worden ist. Die kleine Verbreiterung des theoretischen Profils im Vergleich zum experimentellen, könnte von ungenauen Maßen für das Trapezmodell und von der Probendicke herrühren. Abgesehen von den Erhöhungen der Signale links und rechts vom experimentell bestimmten Profil kann der Intensitätsverlauf der SOI-Struktur annähernd als trapezförmig angenommen werden. Beim Vergleich des experimentellen mit dem simulierten SNR stellt sich heraus, daß das theoretische im Zentralbereich größer und im Außenbereich kleiner ist als das experimentelle. Dies läßt sich als Folgewirkung der oben genannten Vermutungen erklären. Abgesehen vom Außenbereich erhält man für die Simulation ein Ergebnis, das sich im Rahmen der Meßunsicherheit des experimentell bestimmten SNR (Schwankungen im Peakmaximum zwischen 8 und 11.5) mit dem experimentellen Ergebnis deckt.

Nimmt man an, daß die Asymmetrie der Struktur von der unterschiedlichen Dicke der Oberflächenoxidschicht herröhrt, so kann der Intensitätsverlauf des Experiments an den theoretischen Verlauf angefittet werden, um eine vergleichbarere Intensitätsverteilung zu erhalten. Dazu wurde der Untergrundanteil dieser Oxidschicht aus den Meßwerten bestimmt und vom zuvor gemessenes Profil subtrahiert. Man vergleicht erneut die theoretische Kurve mit der modifizierten Intensitätsverteilung.

In Abbildung 5.4 ist die Ähnlichkeit dieser Verteilung mit der aus der Theorie resultierenden ersichtlich. Die linke und rechte Flanke der experimentellen Kurve sind leicht zur Mitte hin verschoben. Nur am rechten unteren Ast sind die Meßwerte erhöht. Die Ursache dieser Abweichung könnte wiederum am Einfluß der Oxidschicht der rechten Probenseite liegen, deren Intensität die Intensität der vergraben Oxidschicht überlagert. Es kann aber auch sein, daß der Konzentrationsabfall der Sauerstoffatome zur rechten Seite hin flacher ist.

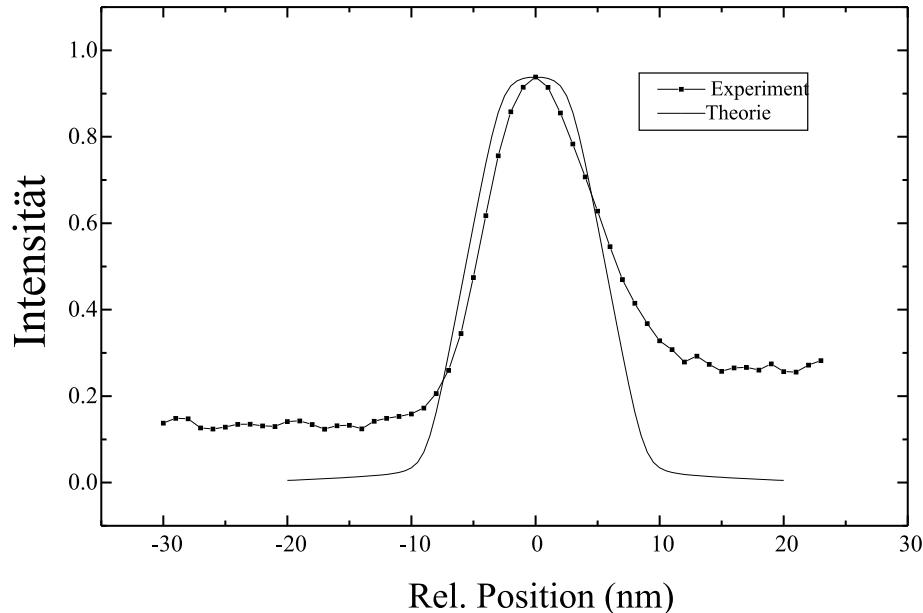


Abbildung 5.2: Simuliertes Profil im Vergleich mit dem experimentell ermittelten Intensitätsverlauf im Sauerstoffverteilungsbild

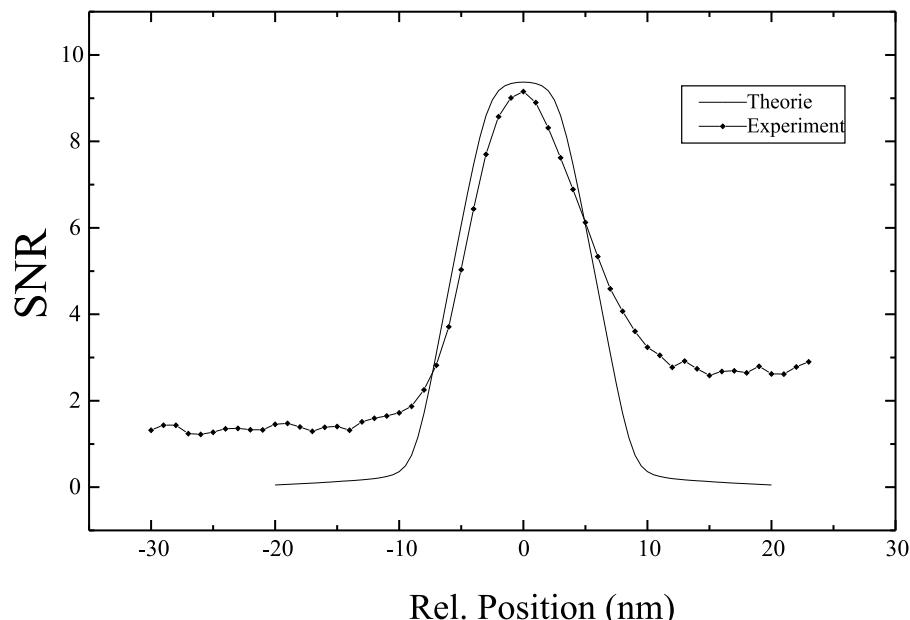


Abbildung 5.3: Simuliertes SNR im Vergleich mit dem experimentell bestimmten SNR

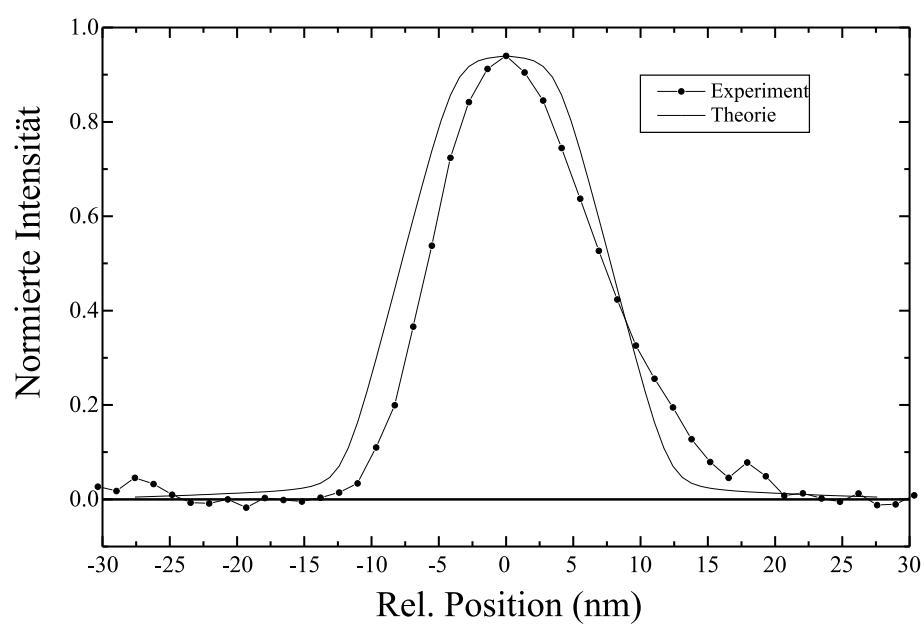


Abbildung 5.4: Simuliertes Profil im Vergleich mit dem experimentell ermittelte Intensitätsverlauf im Sauerstoffverteilungsbild

Kapitel 6

Zusammenfassung

Elementverteilungsbilder, die mit dem energiefilternden Transmissionselektronenmikroskop unter Benutzung unelastisch gestreuter Elektronen erstellt werden, liefern Informationen über die tatsächliche Elementverteilung in der Probe. Da sowohl die Übertragungsfunktion des Mikroskops und des Detektorsystems, als auch das Quantenrauschen auf diese Abbildungen Einfluß haben, können bei der Interpretation dieser Bilder Fehler auftreten. Um eine Vorhersage über den Intensitätsverlauf und das SNR in einem Elementverteilungsbild zu machen, wurden in dieser Arbeit Simulationen durchgeführt. Dabei wurden die Grundlagen der linearen Abbildungstheorie benutzt und die Statistik des Rauschens berücksichtigt. Eine Silicon-on-Insulator(SOI)-Struktur diente als Modellpräparat. Wegen des stetig abfallenden Konzentrationsgefälles an den Grenzschichten der SOI-Struktur wurde das reale Konzentrationsprofil als trapezförmig angenommen. Die berechneten Ergebnisse wurden anschließend mit den experimentellen verglichen. Abgesehen von den Außenbereichen der Kurven führte die Annahme eines trapezförmigen Konzentrationsprofils zu guter Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment. Als Ursache kleiner Abweichungen werden die Verkippung, die Asymmetrie der vergrabenen Oxidschicht oder der Einfluß einer benachbarten Oxidschicht in dem Silizium und die Oberflächenoxidation der Probe vermutet. Das maximale SNR des charakteristischen Singals ist in beiden Fällen größer als 5, und somit ist das Rose-Kriterium erfüllt und das Vorhandensein von Sauerstoff eindeutig nachgewiesen.

Literaturverzeichnis

- [Berger 1993] A. Berger
Abbildung von Elementverteilungen mit hoher Ortsauflösung im Transmissions-Elektronenmikroskop
Dissertation, Institut für Angewandte Physik der TH Darmstadt (D17)
- [Berger und Kohl 1992] A. Berger, H. Kohl
Microsc. Microanal. Mikrostruct. **3**, 159
- [Born 1926] M. Born
Z. Phys. **38**, 803
- [Eckardt 1996] J. Eckardt
Optimierung von Geräteparametern für den Nachweis kleiner Teilchen in hochauflösenden Elementverteilungsbildern
Diplomarbeit, Phys. Inst. der WWU Münster
- [Egerton 1986] R. F. Egerton
Electron-Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope
Plenum Press, New York
- [Egerton 1989] R. F. Egerton
Quantitative Analysis of Electron-Energy-Loss Spectra
Ultramicroscopy **28**, 215-225
- [Hülk 1998] C. Hülk
Charakterisierung von CCD-Kamerasystemen in der Transmissionselektronenmikroskopie und deren Einsatz bei der Erstellung von Elementverteilungsbildern
Dissertation, Phys. Inst. der WWU Münster

- [Kohl und Rose 1985] H. Kohl, H. Rose
Ultramicroscopy **16**, 265
- [Kujawa et al. 1990] S. Kujawa, D. Krahl, H. Niedrig, E. Zeitler
Optik **86**, 39
- [Lanio et al. 1986] S. Lanio, H. Rose, D. Krahl
Optik **73**, 56
- [Müller 1997] I. Müller
Berechnung von Elementverteilungsbildern und ihrer Fehlergrenzen durch Auswertung elektronenspektroskopischer Bildserien
Diplomarbeit, Phys. Inst. der WWU Münster
- [Müller 1998] I. Müller
(Persönliche Mitteilung)
- [Pun et al. 1985] T. Pun, J.R. Ellis, M. Eden
Weighted Least squares estimation of background in EELS imaging *J.Microscopy*, **137**, 93-100
- [Reimer u. a. 1992] L. Reimer, U. Zepke, J. Moesch, S. Schulze-Hillert, M. Ross-Messemmer, W. Probst, E. Weimer
EEL Spectroscopy A Reference Handbook of Standard Data for Identification and Interpretation of Electron Loss Spectra and for Generation of Electron Spectroscopic Images
Carl Zeiss, Oberkochen
- [Rose 1970] A. Rose
Quantum limitations to vision at low light levels. Image Technol. **12**, 13
- [Schorsch 1991] P. Schorsch
Berechnung von Wirkungsquerschnitten für die Elektronen-Energieverlust-Spektroskopie
Diplomarbeit, Institut für Angewandte Physik der TH Darmstadt

[Trebbia 1988]

P. Trebbia

Unbiased methode for signal estimation in electron energy loss spectroscopy, concentration measurements and detection limits in quantitative microanalysis: methods and programs. Ultramicroscopy, **24**, 399-408

[Weng und Rez 1988]

X.Weng und P.Rez

Solid State Effects on Core Electron Cross-Sections Used in Microanalysis

Ultramicroscopy **25**, 345

Danksagung

Allen, die mich bei dieser Arbeit unterstützt haben, möchte ich ganz herzlich danken.

Besonders bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. H. Kohl für die interessante Aufgabenstellung und für die ständige Diskussionsbereitschaft,

den Mitgliedern der elektronenmikroskopischen Abteilung für das nette Arbeitsklima,

Herrn Dipl.-Phys. Matthias Foschepoth, Herrn Dipl.-Phys. Christoph Hülk und Herrn Dipl.-Phys. Michael Wibbelt für die Hilfe im Umgang mit der EDV,

Herrn Dipl.-Phys. Rainer Knippelmeyer, Herrn Dipl.-Phys. Ingo Müller und Herrn Andreas Thesing für konstruktive Kritik und wertvolle Denkanstöße,

meinen Eltern und meiner Tante, die mir die Möglichkeit eröffnet haben in Deutschland zu studieren und Herrn Helmut Günther Görtz für seine Fürsorglichkeit.

Hiermit versichere ich, daß ich die Arbeit selbständig verfaßt habe und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe.

Münster, 30.11.98