

19/20 Punkten, da wir den SE2-Detektor vergessen hatten.

Wir sollten es in Paperform schreiben

Spatially-resolved elemental analysis of Si and Ge in the scanning electron microscope

J. Marschner, J. Kluge

Department of Physics, Humboldt-Universität zu Berlin, Germany

Email: jmarsch@physik.hu-berlin.de

Email: julien@physik.hu-berlin.de

7. Dezember 2016

Zusammenfassung

In this work, we show how to spatially analyze Silicon/Germanium islands on Si-substrates which where grown self-organized by liquid phase epitaxy. Thereafter we show the elemental mapping of these islands made by measuring the characteristic x-ray radiation emitted by electron transitions of $\text{Si}_{K\alpha_1}$ for Silicon and $\text{Ge}_{L\alpha_1}, \text{Ge}_{L\beta_1}$ for Germanium.

In dieser Arbeit zeigen wir wie Silizium/Germanium-Inseln räumlich auf einem Si-Substrat, welches durch Selbstorganisation in Flüssigphasenepitaxie hergestellt wurde, untersucht werden. Im Anschluss wird eine Elementzuordnung durch Messung der charakteristischen Röntgenstrahlung durchgeführt. Die gemessene Strahlung stammt explizit aus den Elektronenübergängen $\text{Si}_{K\alpha_1}$ für Silizium und $\text{Ge}_{L\alpha_1}, \text{Ge}_{L\beta_1}$ für Germanium.

1 Physikalischer Hintergrund

Bei diesem Versuch werden die Eigenschaften von Elektronenstrahlen genutzt. Dazu gehört die Streuung an Festkörpern und das emittieren charakteristischer Röntgenstrahlung abhängig von dem untersuchten Festkörper. Die genauen Details können dem Versuchsskript¹ entnommen werden.

2 Versuchsaufbau

Für die Durchführung dieses Versuchs war kein Aufbau durch die Experimentatoren notwendig. Das verwendete Rasterelektronenmikroskop der Firma Carl Zeiss war fertig aufgebaut. Abbildung 1 zeigt den schematischen Aufbau des Elektronenmikroskops.

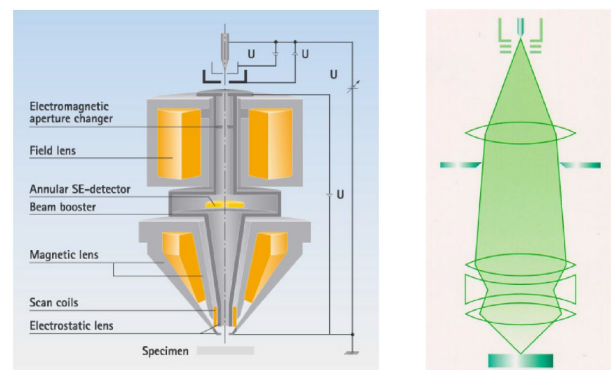


Abbildung 1: Schematischer Aufbau des Carl Zeiss GeminiSEM 500

Die verwendete Probe besteht aus Si-Ge-Inseln die sich auf einem Siliziumsubstrat befinden.

¹https://www.physik.hu-berlin.de/en/sem/teaching/fpraktikum_versuch_sem_digitalcopy5.pdf

3 Versuchsdurchführung

Zu Beginn wurde die Probe in die Halterung des Mikroskops gebracht. Danach wurde der Raum in dem sich die Probe befindet in ein Vakuum gebracht. Dies soll verhindern, dass Schmutz- oder Luftpartikel die Aufnahme beeinflussen

Die ersten Aufnahmen erfolgten für einen Strahl mit 15 keV Energie. Für diese Energie wurde ein scharfes Bild eingestellt und aufgenommen. Hierfür wurde der InLens-Detektor verwendet. Darauf folgenden wurde die elementare Zusammensetzung der Probe untersucht. Dafür wurde der Detektor EDX für Röntgenstrahlung in das Mikroskop gefahren. Dann wurde das Spektrum für die Inseln als auch das Substrat aufgenommen. Anschließend wurde eine elementar map aufgenommen.

Analog wurden die vorherigen Aufnahmen für eine Strahlenenergie von 5 keV aufgenommen. Genau Details sind dem Versuchsskript zu entnehmen.

4 Auswertung

4.1 Beobachtung der SiGe-Inseln bei 15 keV und 5 keV

In Abbildung 2 sieht man die Aufnahme der Si-Ge-Inseln bei einer Strahlenenergie von 15 keV.

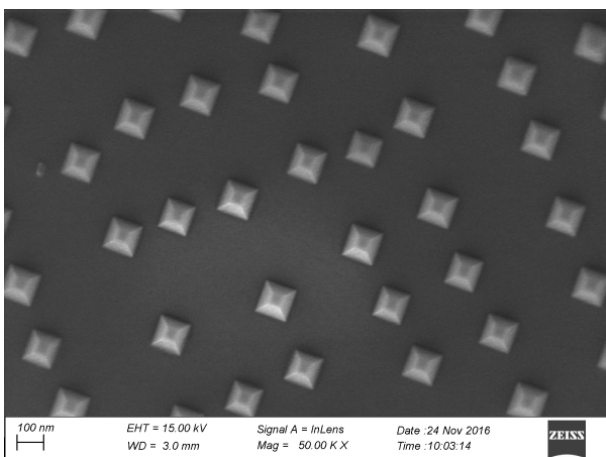


Abbildung 2: Aufnahme der Probe bei 15 keV

Die Aufnahme bei 15 keV Strahlungsenergie ist in Abbildung 3 zu sehen.

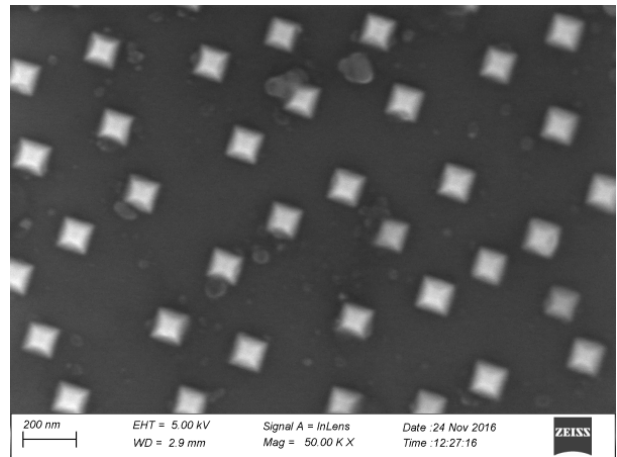


Abbildung 3: Aufnahme der Probe bei 5 keV

Bei Betrachtung der beiden Aufnahmen fällt auf, dass die Auflösung für beide Energien sich stark unterscheidet. Die Inseln sind bei 15 keV am besten zu erkennen. Man kann sogar die Konturen der Inseln scharf darstellen. Für 5 keV erkennt man nur die Quadratische Grundform der Inseln. Dass die Inseln eine Höhe haben, lässt sich nur erahnen. Eine Strahlenenergie von 15 keV sorgt also für das beste Bild.

Man könnte vermuten, dass bei 5 keV das Bild besser sein müsste, da das Streuvolumen kleiner ist. Wie man aber sieht sorgt die geringere Energie dafür, dass die Elektronen die Probe nicht verlassen und so ein unscharfes Bild entsteht.

4.1.1 Höhenbestimmung

Zur Bestimmung der Höhe der Inseln wurde folgende Annahme getroffen. Bei der Aufnahme befinden wir uns soweit von den Inseln entfernt, dass wir den Abstand zwischen den Außenkanten zu den Innenkanten als den Abstand betrachten können, den man erhält, wenn man die obere Fläche auf die Basisfläche projiziert. Damit gilt:

$$\tan(\xi) = \frac{h}{a} \quad (1)$$

Dabei ist ξ der Winkel zwischen der Basisfläche und den Seitenflächen. Dieser beträgt laut Skript $\xi = 55^\circ$. Da die Höhe der Inseln gesucht ist, ergibt sich für die Höhe:

$$h = a \tan(\xi) \quad (2)$$

In Abbildung 4 ist die Aufnahme bei 15 keV zu sehen. Dies ist dabei ein nachbearbeiteter Ausschnitt von Abbildung 2 um die Messung zu vereinfachen. In dieser Abbildung gilt, dass $100 \text{ nm} = 94 \text{ px}$.

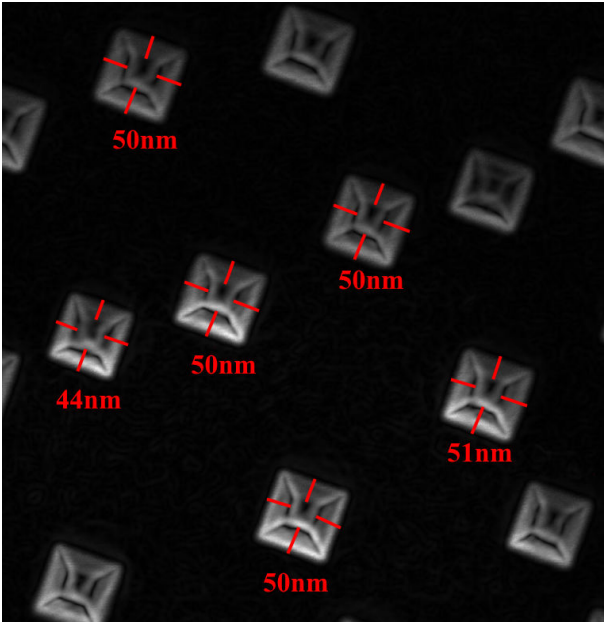


Abbildung 4: Aufnahme zur Höhenbestimmung bei 15 keV

Die roten Striche sind dabei die gemessenen Abstände. Für die Abstände wurde eine Ablesegenauigkeit von $\Delta a = \pm 2 \text{ px}$ angesetzt. Die Abstände wurden für die jeweiligen Inseln gemittelt. Die nach Formel 2 bestimmten Höhen der jeweiligen Inseln sind ebenfalls in Abbildung 4 zu sehen.

Mittelt man diese gewichtet erhält man mitsamt Unsicherheit für die Höhe:

$$h = (49 \pm 2) \text{ nm}$$

Die Unsicherheit ergibt sich aus der pythagoräischen Addition der Ablesegenauigkeit mit dem Vertrauensbereich, der sich aus den Messwerten ergibt. Der Vertrauensbereich wird mit dem Student-T-Faktor skaliert.

Analog lässt sich die Inselhöhe bei einer Energie von 5 keV bestimmen. Dies lässt sich in Abbildung 5 sehen.

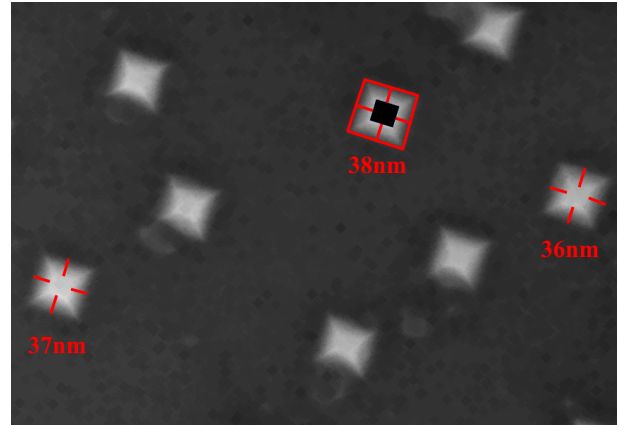


Abbildung 5: Aufnahme zur Höhenbestimmung bei 5 keV

Dort gilt, dass $200 \text{ nm} = 184 \text{ px}$. Die Ablesegenauigkeit beträgt durch die Unschärfe der Aufnahme $\Delta a = \pm 5 \text{ px}$. Die jeweiligen Inselhöhen sind ebenfalls in der Abbildung zu sehen. Durch Mittelung erhält man als Ergebnis für die Höhe:

$$h = (37 \pm 5) \text{ nm}$$

Die Unsicherheit wird Analog zur vorherigen Rechnung bestimmt.

4.2 Untersuchung der Zusammensetzung der SiGe-Inseln

Dank der Verwendung des Elektronenstrahls, lässt sich das Rasterelektronenmikroskop zur Bestimmung der elementaren Zusammensetzung der Probe benutzt. Dafür wird die durch den speziellen Detektor EDX die emittierte Röntgenstrahlung gemessen. Die Röntgenstrahlung die entsteht, wenn ein Elektron aus einem niedrigen Orbit herausgelöst wird, ist charakteristisch für das vorhandene Element. Abbildung 6 zeigt dabei das Spektrum für Germanium für beide Strahlungsenergien. Dieses Spektrum entstand durch Messung der entstehenden Röntgenstrahlung einer Insel.

unsere Fehlerabschätzung basiert auf den Fakt, dass alle Inseln gleich groß wären. Aber wir zeigen eig. ganz gut, dass das nicht so ist.

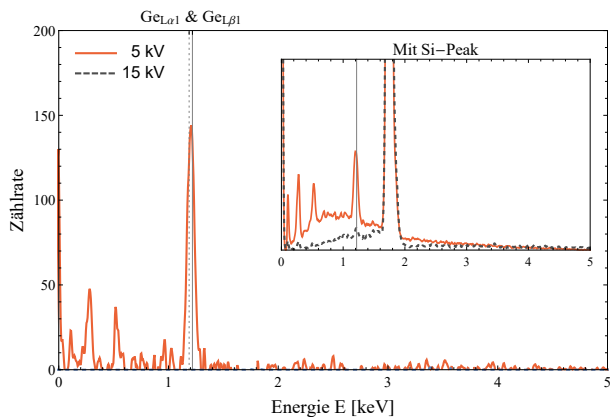


Abbildung 6: Germanium-Spektrum bei 15 keV und 5 keV, sowie in klein das Spektrum mitsamt Silizium

Da die Inseln aus Germanium und Silizium bestehen, lässt sich auch ein Spektrum für beide Elemente erstellen. Dieses ist klein in Abbildung 6 zu sehen. Das eigentlich vorhandene Silizium-Spektrum wurde jedoch herausgerechnet, um ein reines Germanium-Spektrum darzustellen.

Es ist aus dem Germanium-Spektrum ersichtlich, dass es sich um Germanium handeln muss, da sich der höchste Peak bei der Energie für den Germaniumübergang² $E_{L\alpha} = 1.098 \text{ keV}$ befindet.

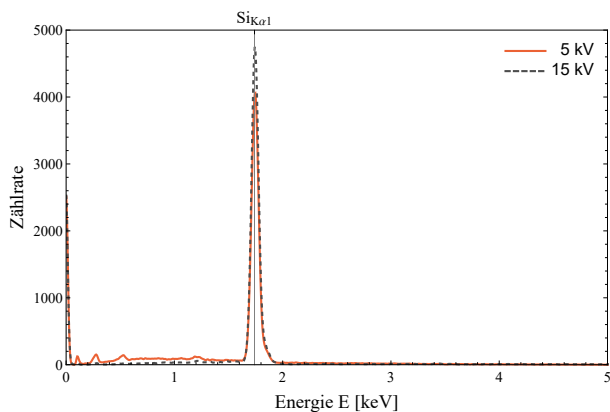


Abbildung 7: Silizium-Spektrum bei 15 keV und 5 keV

In Abbildung 7 sieht man das Spektrum für Silizium. Die charakteristische Energie für Silizium $E_{K\alpha} = 1.740 \text{ keV}$ entspricht auch hier wieder dem Peak im aufgenommenen Spektrum, al-

²https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/X-rayDiffraction_ElementalAnalysis/HH-XRF/Misc/Periodic_Table_and_X-ray_Energies.pdf

so muss es sich, wie bereits bekannt, um Silizium handeln.

Mit dem Rasterelektronenmikroskop konnte man außerdem Aufnahme der Elementverteilung der Probe machen. Diese elemental maps ließen sich getrennt für Silizium und Germanium aufnehmen.

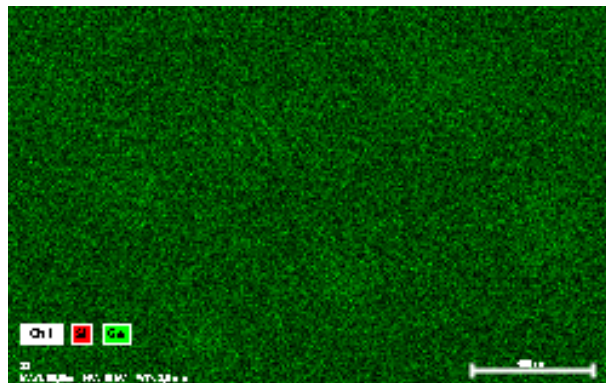


Abbildung 8: elemental map von Germanium bei 15 keV

Abbildung 8 zeigt die elemental map von Germanium bei 15 keV. Auf dieser lässt sich ungefähr die Position der sechs zu sehenden Inseln sehen. Im Vergleich dazu sieht man bei gleicher Energie in Abbildung 9 die elemental map von Silizium.

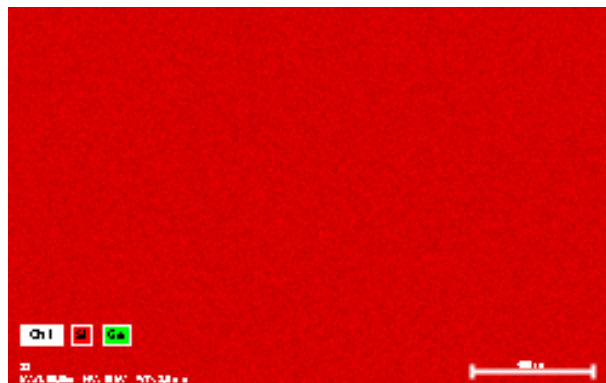


Abbildung 9: elemental map von Silizium bei 15 keV

Hier erkennt man eindeutig, dass sich auf der ganzen Probe Silizium befindet. In Abbildung 10 kann man die elemental map für Germanium bei 5 keV sehen. Hier erkennt man die Inseln deutlich besser.

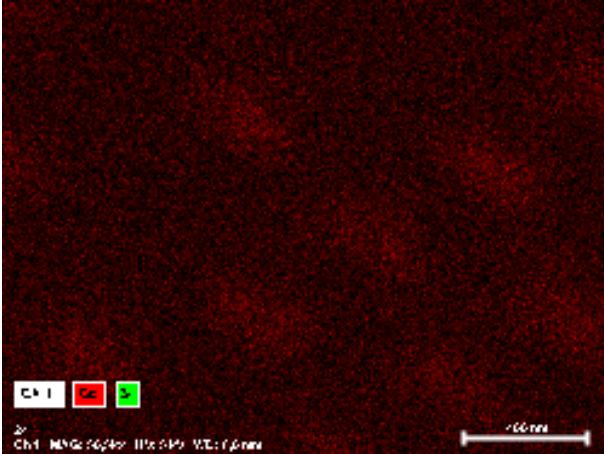


Abbildung 10: elemental map von Germanium bei 5 keV

Für die elemental map von Silizium im selben Energiebereich erhält man wieder eine Aufnahme, auf der sich überall Silizium befindet. Dies ist in Abbildung 11 zu sehen.

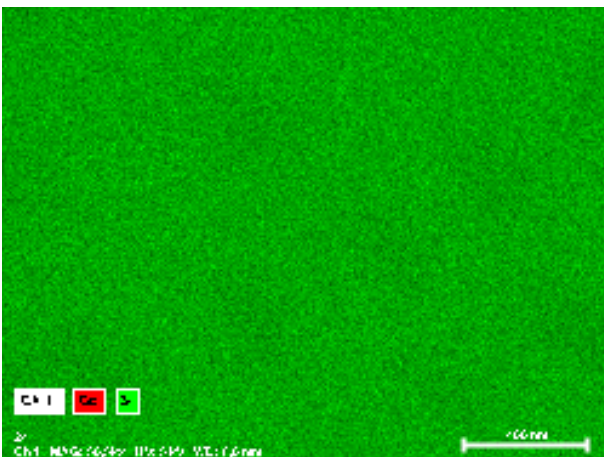


Abbildung 11: elemental map von Silizium bei 5 keV

Für die Darstellung der Elementverteilung durch eine elemental map eignet sich also eine Strahlenenergie von 5 keV viel mehr. Die ist genau entgegengesetzt zu den Ergebnissen in Abschnitt 4.1. Dies lässt sich dadurch erklären, dass bei einer höheren Energie ein größeres Streuvolumen auftritt. Dieses wurde bei 15 keV so groß, dass es eigentlich so war, als würde man das Siliziumsubstrat messen. Dies erkennt man auch eindeutig im aufgenommenen Germanium-

Spektrum.

5 Zusammenfassung und Fehleranalyse

Zunächst kann man sagen, dass man bei den beiden Strahlenenergien eindeutige Unterschiede feststellen konnte. Für ein hochwertiges Bild der Probe, war eine Energie von 15 keV von Vorteil. Eine niedrigere Energie würde nicht genug Elektronen aus den Atomen herauslösen, um ein scharfes Bild zu erhalten.

Für die Bestimmung der elementaren Zusammensetzung der Probe war jedoch eine Energie von 5 keV besser. Eine größere Energie würde das Streuvolumen so vergrößern, so dass keine charakteristische Röntgenstrahlung für den Germaniumanteil in den Inseln emittiert werden würde.

Damit zeigt sich, dass für eine Oberflächenuntersuchung eine größere Energie von Vorteil ist, jedoch für eine Untersuchung der elementaren Zusammensetzung eine niedriger Energie vorzuziehen wäre.

Die Bestimmung der Inselhöhen zeigt eine starke Abweichung vom Referenzwert³ von $h = 60$ nm. Der Wert ist für 5 keV $h = (37 \pm 5)$ nm und für 15 keV $h = (49 \pm 2)$ nm. Es ist aber anzunehmen, dass diese Abweichungen allein ein ungleichmäßigen Inselgröße auf der Probe geschuldet ist. Diese Beobachtung ist auch leicht damit Stützbar, dass allein in den vermessen Bildern (Abb. 4) ein Unterschied von ± 7 nm zu messen war.

Abschließend sollte noch auf eine bemerkenswerte Beobachtung aufmerksam gemacht werden. Beim Scharfstellen der Aufnahme bei einer Strahlenenergie von 5 keV konnte eine Veränderung der Probenoberfläche beobachtet werden. Dies ist in Abbildung 12 zu sehen.

³C.L. Zheng, K. Scheerschmidt, H. Kirmse, I. Häusler, and W. Neumann. Imaging of three-dimensional (Si,Ge) nanostructures by off-axis electron holography. Ultramicroscopy, 124:108–116, 2013

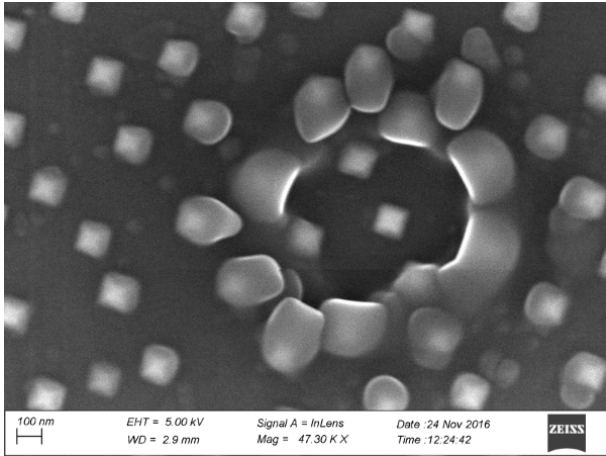


Abbildung 12: Veränderte Si-Ge-Inseln bei 5 keV

Die Veränderung der Probe entstand dadurch, dass man das scannende Bild auf eine Insel fokussiert hat, so dass nur ein kleiner Bereich abgerastert wurde. Hat man dann wieder den gesamten Bereich abgerastert, konnte man eine Veränderung wie in Abbildung 12 beobachten. Diese Beobachtung war reproduzierbar, da mehrere solcher Veränderungen immer mit der gleichen Bedingung hervorgerufen wurden. Bemerkenswert ist hierbei, dass die bei einer vergleichsweise geringen Energie aufgetreten ist.