

LABORATION **FM6**

SVEPELEKTRONMIKROSKOPI

Handledare:

Namn: Nr: Labplats:

Laborationen utförd den

Laborationen inlämnad den

Godkänd den

av

Svepelektronmikroskopi

Laborationen avser att ge kännedom om hur ett svepelektronmikroskop fungerar, handhas, samt vilka möjligheter det ger till metallografiska undersökningar.

Vi kommer att dra en provstav till brott och studera därvid uppkomna glidsteg samt brottytans utseende. Dessutom skävi, med energiupplösande röntgenspektrometer, göra en kemisk analys av det aktuella materialet.

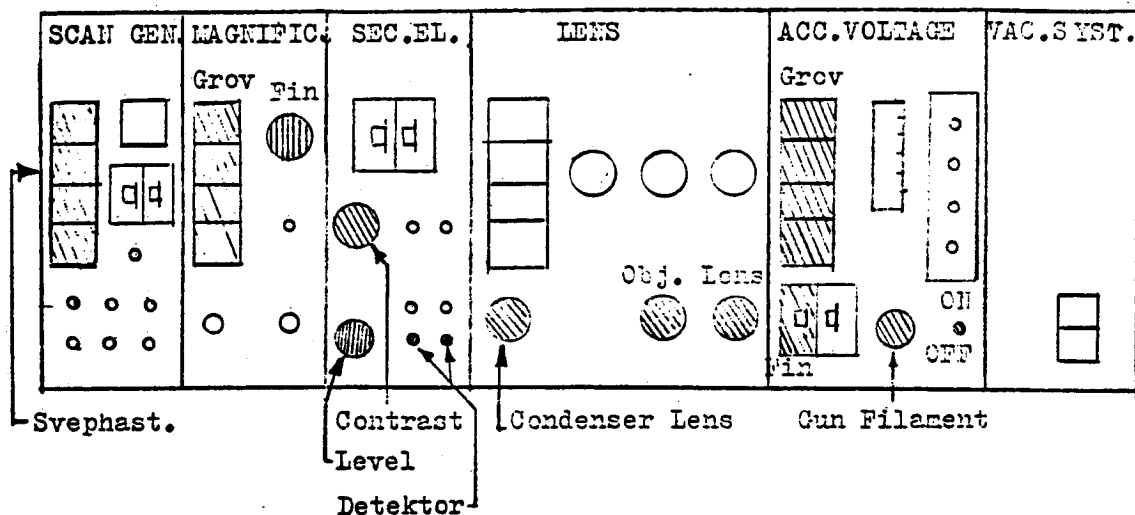
Utförande

- 1^o Genomgång av svepelektronmikroskopets funktion och handhavande.
- 2^o Dragprov av mässingsstav och upptagande av en spännings/töjningskurva.
- 3^o Studium av uppkomna glidsteg och brottytans utseende.
- 4^o Kemisk analys med energiupplösande röntgenspektrometer.

Hänvisningar till figurer i den följande texten refererar till textdelen "SVEPELEKTRONMIKRSOKOPI" C1 till C13.

Ytavbildning

INSTRUMENTPANEL.



SCAN GENERATOR (svepgenerator), fig. 1:

Elektronstrålen sveps över provytan genom att strömmen i avlänkningspolarna varieras. Vid låg svephastighet fås flera sekundärelektroner/bildpunkt, vilket ger ett högt signal/brus förhållande.

MAGNIFICATION, fig. 1:

Förstoringen ges av bildskärmens kantlängd/ den svepta ytans kantlängd. Sålunda ökas förstoringen genom att minska avlänknings av elektronstrålen.

SECONDARY ELECTRON IMAGE (detektor/förstärkare), jfr fig. 5:

Kontrasten (CONTRAST) i bilden påverkas genom att variera spänningen över fotomultiplikatorn.

Intensiteten (LEVEL) i bilden påverkas genom att ändra förstärkningen i videoförstärkaren.

LENSES (linser), fig. 1:

Elektronstrålens fläckstorlek varieras med CONDENSER LENS (övre linsen).

Fokusering av elektronstrålen på preparatets yta, sker m h a OBJECTIVE LENS (nedre linsen).

ACCELERATING VOLTAGE (högspänning), fig. 1 :

Hög accelerationsspänning ger bättre upplösning. Men för att öka sekundärelektronutbytet eller för att inte skada preparatet (biologiska material), krävs ibland en lägre accelerationsspänning.

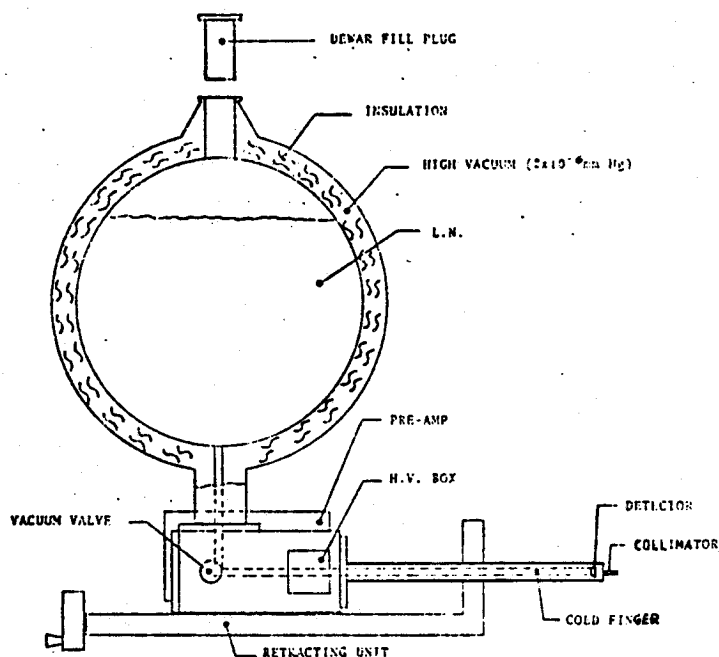
Katoden, glödtråden upphettas m h a en glödström (GUN FILAMENT) till ca 2 800 K, varvid elektroner emitteras. Dessa accelereras mot anoden och en elektronström ($\sim \mu\text{A}$) går genom kolonnen.

VACUUM SYSTEM:

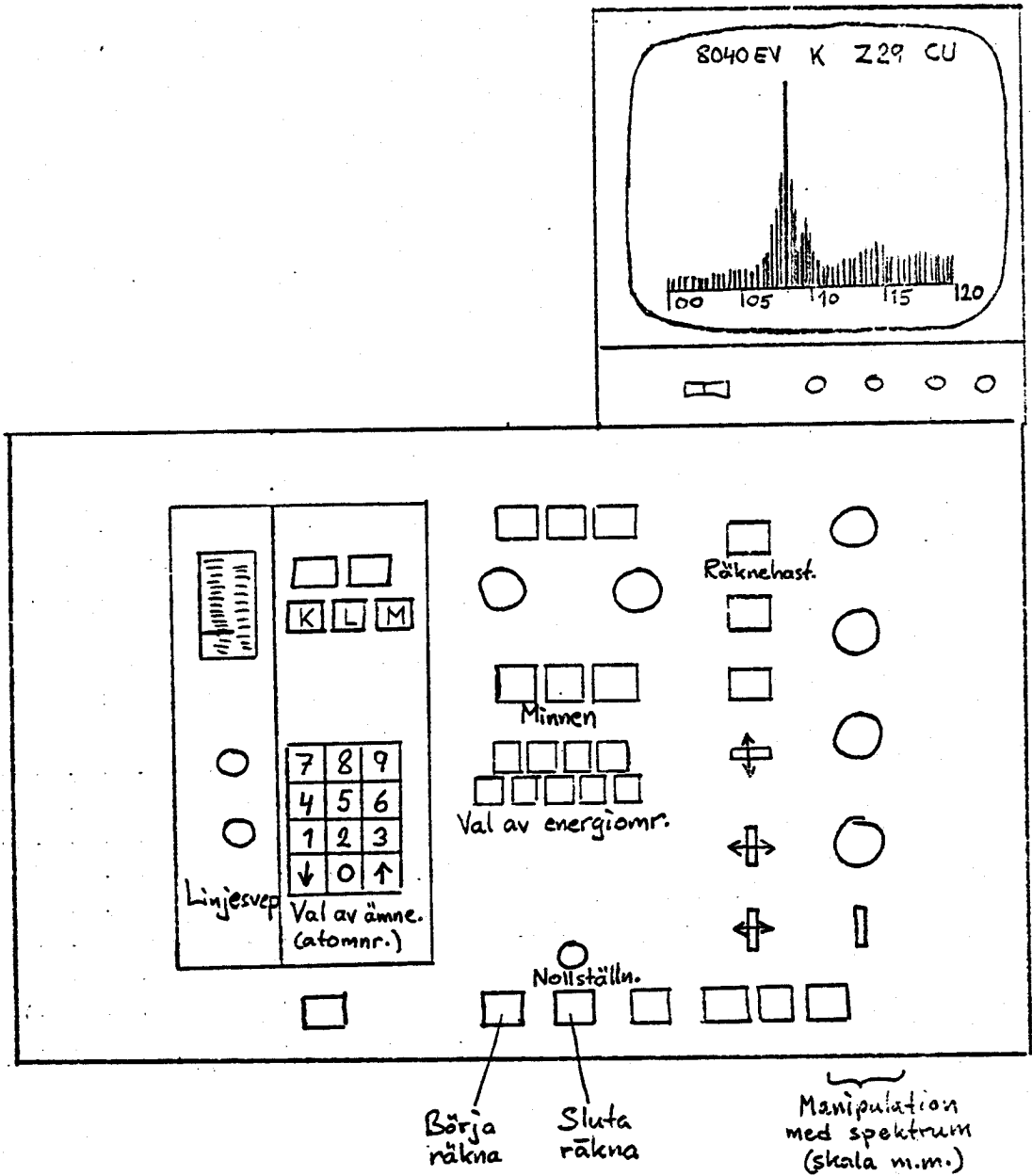
Mikroskopet pumpas med ett högvakuumsystem, rotationspump och diffusionspump, till $\sim 10^{-5}$ torr på ca 30 min.

Röntgenanalys

På laben har vi tillgång till en energiupplösande spektrometer, vars delar visas i figuren nedan. När man trycker på knappen ANALYZE börjar mångkanalanalysatorn sortera de pulser som kommer från röntgendetektorn. Resultatet (spektrat) presenteras på en bildskärm i form av ett stapeldiagram där varje stapel representerar antalet pulser i ett energiintervall. Antalet staplar (kanaler) är 400 eller, om man vill ha högre upplösning, 800. På bildskärmen kan man också se hur hög räknehastigheten är. I apparaten finns inprogrammerat var de olika grundämnenas K-, L- och M-linjer ska ligga, och detta kan man få markerat på skärmen, varför man mycket snabbt kan se vilka grundämnen som ingår i provet. När man fått tillräcklig statistik kan man mata in spektrat i en dator som räknar ut halterna av de olika grundämnena. Om mikroskopet då sveper över en yta får man en bulkanalys av sitt material, och om man låter strålen stå still kan man påvisa partiklar av främmande ämnen. Om man låter strålen löpa längs en enda linje och väljer ut ett smalt energiintervall i spektrat, där något visst grundämne har t ex sin K-linje, blir räknehastigheten i intervallet ett mått på koncentrationen av ämnet, och man kan alltså se hur denna varierar längs en linje.



Röntgendetektorn



Röntgenanalysatorns instrumentpanel

M A T E R I E F Y S I K

Introduktion till lab FM6.

SVEPELEKTRONMIKROSKOPI

1. INLEDNING

Människan kan med obehjälpt öga urskilja detaljer av storleksordningen 0.1 mm. För att kunna se finare detaljer måste hon använda förstörande instrument och skilda slags mikroskop har efterhand utvecklats.

Ett mikroskops upplösningssmåråga begrånsas i sista hand av diffraktionseffekter och för ljusmikroskopet är de minsta detaljer, som kan särskiljas, av storleksordningen en halv ljusvåglångd dvs 200 - 300 nm. Den meningsfyllda förstoringen för ljusmikroskopet är dårför cirka 1 000 gånger.

Ljusmikroskopet har ett mycket begrånsat skårpedjup och vid höga förstoringar ger det väsentligen en tvådimensionell bild av ett snitt av provet. Det är endast vid låga förstoringar (< 200 gånger), som ljusmikroskopet kan visa ett objekts djupdimension.

En avbildning med bättre upplösning ån ljusmikroskopets kråver strålning med kortare våglångd och sedan Busch (1927) visat att "strålar" av laddade partiklar kan fokuseras med magnetiska linser utvecklades transmissionselektronmikroskopet (TEM) relativt snabbt. TEM:s upplösningssmåråga begrånsas i praktiken av linsfel (fråmst objektivets sfåriska aberration) till ca 0,2 nm trots att elektroner av 100 keV energi har en våglångd av endast 4 pm.

Avbildningen i TEM sker, såsom namnet anger, medelst elektroner som transmitteras genom provet och elektronernas begrånsade rårkvidd i materia begrånsar den anvånbara preparattjockleken till 0,1 - 1 µm. TEM ger dårför liksom ljusmikroskopet väsentligen en tvådimensionell bild av ett snitt genom provet.

Svepelektronmikroskopet (SEM) är en ny typ av instrument, som utvecklades för ungefår 10 år sedan, som snabbt blivit ett standardinstrument inom skilda områden såsom biologisk forskning, materialforskning, miljövård, komponentutveckling inom elektroniken och forensiskt arbete. I SEM:s vanligaste arbetsmod sker avbildningen med sekundårelektroner från provets ytskikt och tack vare instrumentets stora skårpedjup ger SEM en tredimensionell åven vid höga förstoringar. Det är denna egenåskap, som mera ån något annat bidragit till att SEM så snabbt börjat anvånas inom skilda forskningsområden.

Den bästa upplösning man kan nå med ett konventionellt SEM är 7-10 nm

och instrumentens maximala förstoring brukar vara omkring 10^5 gånger.

2. ARBETSPRINCIP

Ett SEM kan beskrivas som en sluten TV kedja bestående av:

1. Elektronoptisk kolonn för acceleration, fokusering och svepning av en elektronstråle.
2. Preparat
3. Detektor och förstärkare för signalen
4. Katodstrålerör (CRT) för presentation av bilden

Elektroner från en källa t ex en glödkatod accelereras i elektronkanonen till arbetsspänningen, vanligen 20 - 30 kV, och fokuseras av magnetiska linser på preparatets yta. En signal från provet t ex sekundäremitterade elektroner samlas upp och förstärks i en detektor, vars utsignal förstärks ytterligare innan den får styra intensiteten på ett katodstrålerör (CRT). Den fokuserade elektronstrålen sveps över provets yta i ett raster och strålen i CRT sveper över bildskärmen i ett motsvarande raster. Den bild, som byggs upp av CRT, kommer därför att punkt för punkt representera intensiteten av de sekundärelektroner, som emitteras från provets yta.

SEM har alltså inga förstörande linser utan bildens förstoring bestäms av förhållandet mellan bildskärmens area och provets

översvepta area. Bildskärmens

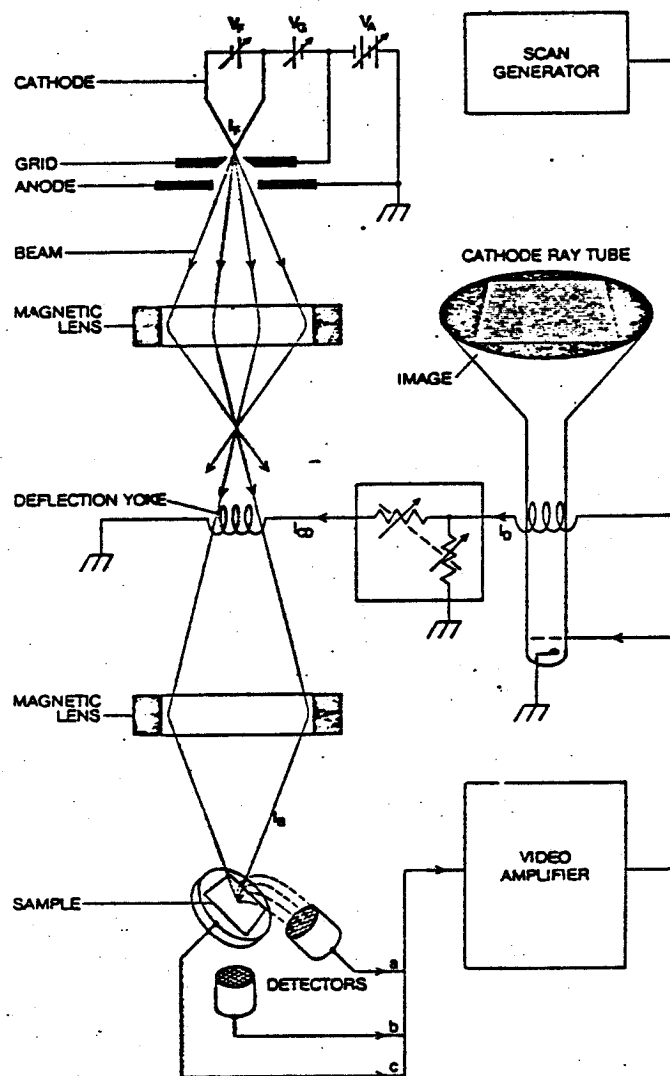


Fig. 1

därför en förstoring av 10 000 gånger.

Förstoringen kan alltså ökas helt enkelt genom att minska strömmens amplitud i svepspolarna!

2.1 Mikroskopkolonnens uppbyggnad

Vidstående figur visar en genomskärning av ett SEM med två elektronmagnetiska linser. Elektronkanonen består av en glödkatod omgiven av en Wehnelt-cylinder. Denna utgör tillsammans med anoden en elektrostatisk lins, som samlar elektronerna till en brännfläck ("cross-over") med cirka 50 μm diameter. Wehnelt-cylindern lägges på negativ potential medan anoden, liksom mikroskopet i övrigt, har jordpotential. Hela accelerationen av elektronerna sker därför i området ovanför anoden.

I ett SEM är linsernas enda uppgift att forma en fokuserad stråle med liten diameter och hög ström. Instrumentets effektiva upplösning beror, som vi senare skall se, av många faktorer, men den kan aldrig bli bättre än den minsta stråldiameter instrumentet kan åstadkomma.

2.1.1 Elektronstrålens diameter

Linssystemets två linser är båda förminskade varför vi vid diskussion av de faktorer som inverkar på stråldiametern endast behöver ta hänsyn till den sista linsens (ibland kallad objektivet) avbildande egenskaper.

Den resulterande stråldiametern, d , kan skrivas som

$$d^2 = d_g^2 + \underbrace{d_s^2 + d_d^2}_{d^2 \text{ aber}}$$

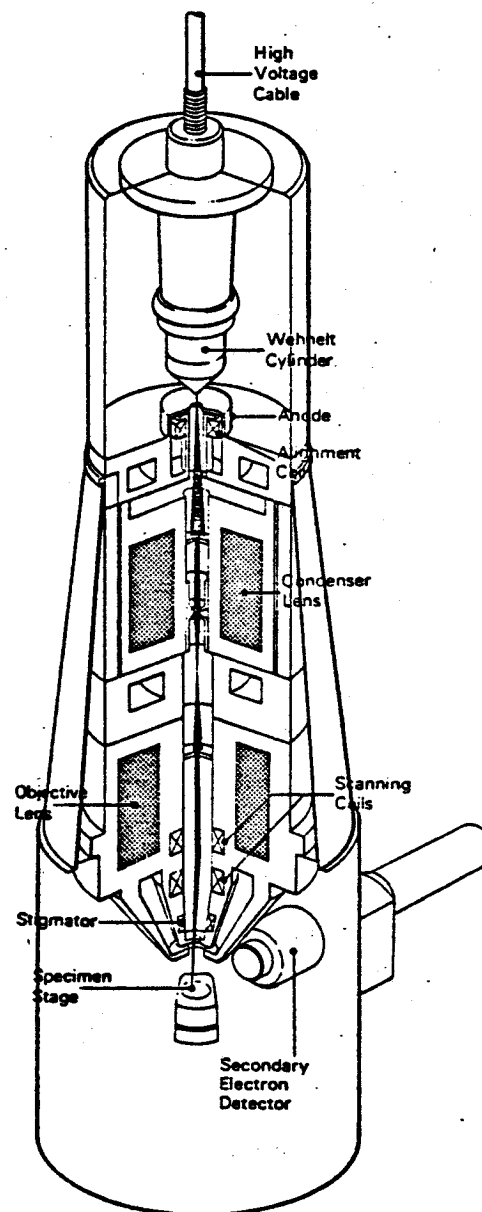


Fig. 2

Svepelektronmikroskop i genomskärning

där

- d_g = Gaussisk stråldiameter (ideal, förminskad bild av källan)
 d_s = ökningen i stråldiameter p.g.g. linsens sfäriska aberration
 d_d = ökningen i stråldiameter p.g.g. diffraktion i objektivbländaren

$$d_{\text{aber}}^2 = (C_s \cdot \alpha^3)^2 + \left(\frac{1.22 \cdot \lambda}{\alpha} \right)^2$$

där

- C_s = linsens sfäriska aberrationskoefficient (linsens brännvidd)
 λ = våglängden
 α = linsens öppningsvinkel (bestämmer av objektiv-bländarens diameter)

Typiska värden för ett konventionellt SEM, som arbetar vid 20 kV, är

$$C_s = 20 \text{ mm}$$

$$\alpha = 3 \cdot 10^{-3} \text{ rad}$$

$$\lambda = 8,6 \text{ pm}$$

som ger $d_{\text{aber}} = 4 \text{ nm}$

vilket innebär att den minsta stråldiameter som kan uppnås är ungefär 5 nm oberoende av den totala förminskningen i linssystemet. Man väljer vanligen den maximala förminskningen så att $d_g \approx d_{\text{aber}}$. Elektronkanonens utträdesbild (cross-over) är ungefär $50 \mu\text{m}$, varför en total förminskning av 10 000 gånger krävs. Detta kan lätt åstadkommas med två linser. Då SEM arbetar med större stråldiameter (lägre bildförstoring) brukar man ställa in strålens ström med den första linsen och strålens diameter med den andra.

2.1.2 Strömtäthet och ström i elektronstrålen

Figuren visar schematiskt strålgången från elektronkällans cross-over till provets yta och man inser kvalitativt att ju mindre den slutliga stråldiametern görs desto färre elektroner når preparatet.

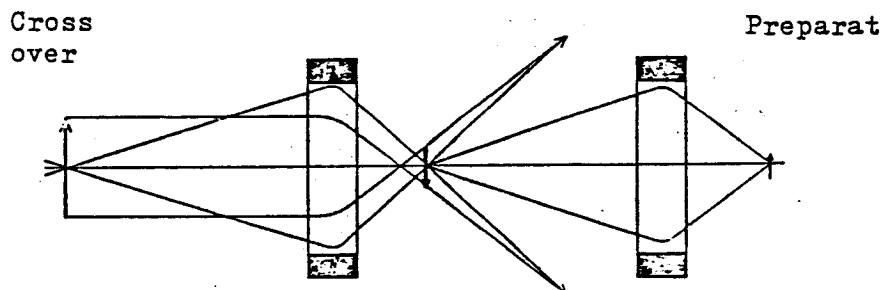


Fig. 3

Ett mått på strömtätheten i ett elektronoptiskt system är radiansen, B, som är ström per yt- och rymdvinkel-enhet

$$B = \frac{I}{\left(\frac{d}{2}\right)^2 \pi \alpha^2} \approx 0.4 \frac{I}{d^2 \alpha^2}$$

där

I = strålens ström

α = strålkonens toppvinkel

d = strålens diameter

I ett elektronoptiskt system är B konstant och lika i alla bildplan oberoende av bländarnas storlek, linsernas brännvidder osv.

Värdet av B bestäms av elektronkällan och för en glödkatod med $T = 2800$ K och $U = 20$ kV är $B = 4 \cdot 10^4$ A/cm² sr.

Väljer vi $\alpha = 3 \cdot 10^{-3}$ rad ger $d = 1$ μ m $I = 10^{-8}$ A

och $d = 10$ nm $I = 10^{-12}$ A

2.1.3 Signal-brus förhållande

Vi har tidigare visat hur linsfelen sätter en undre gräns för den stråldiameter och därigenom också för den upplösning vi kan uppnå. En annan faktor, som påverkar valet av stråldiameter, är signal-brus förhållandet, som avgör vilken lägsta ström och därmed stråldiameter som krävs för att ge en meningsfull avbildning.

Det maximala brus vi kan tolerera i en signal beror av kontrasten

$C = \frac{\delta S}{S}$ i bilden.

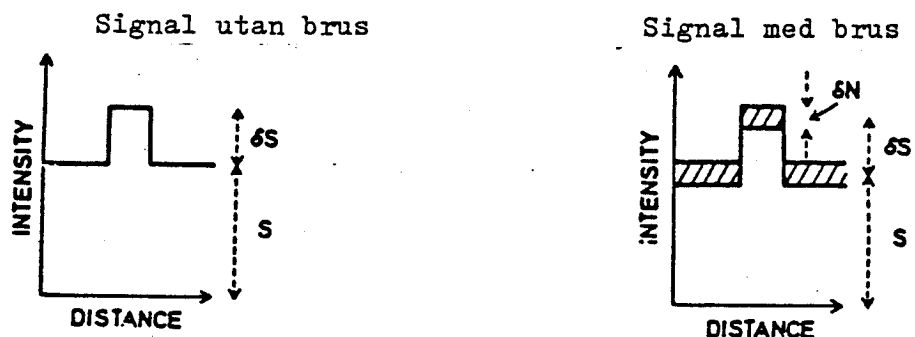


Fig. 4

De detektorer som nu finns har i allmänhet så låg brusnivå att vi kan hänföra bruset huvudsakligen till två källor:

1. Statistiska fluktuationer i den infallande elektronstrålen

$$N_b = \sqrt{n} \quad n = \text{antalet elektroner per bildpunkt}$$

2. Fluktuationer i växelverkan elektronstråle-preparat. Dessa kan vara svårare att uppskatta men är åtminstone av samma storleksordning som 1.

Ett empiriskt kriterium, som innefattar båda dessa effekter säger att signalen kan detekteras då

$$\frac{\delta S}{\delta N} > 10 \quad \text{dvs} \quad \frac{\delta S}{S} > 10 \frac{\delta N}{S}$$

eller

$$n > 100 \frac{1}{C^2}$$

Sveprastret består vanligen av 1000 linjer per bild. och om vi räknar med samma upplösning i x-led som i y-led kommer varje bild att innehålla 10^6 bildpunkter. Vi kan då beräkna det antal elektroner per bild, som krävs för att ge ett godtagbart signal-brus förhållande vid olika bildkontrast:

Bild kontrast	Antal elektroner per bildpunkt	Antal elektroner per bild
C %	n	
100	10^2	10^8
30	10^3	10^9
10	10^4	10^{10}

För att registrera en bild med 10% krävs alltså 10^{-9} A under 1 s, 10^{-11} A under 100 s osv.

3. DETEKTOR

Försök att konstruera SEM gjordes redan under 1930-talet, men utvecklingen hindras länge av svårigheten att finna tillräckligt lågbrusiga detektorer för de lågenergetiska sekundärelektronerna. Omkring 1960 utvecklades den typ av detektor, som figuren visar, och denna konstruktion har visat sig effektiv att den fortfarande används.

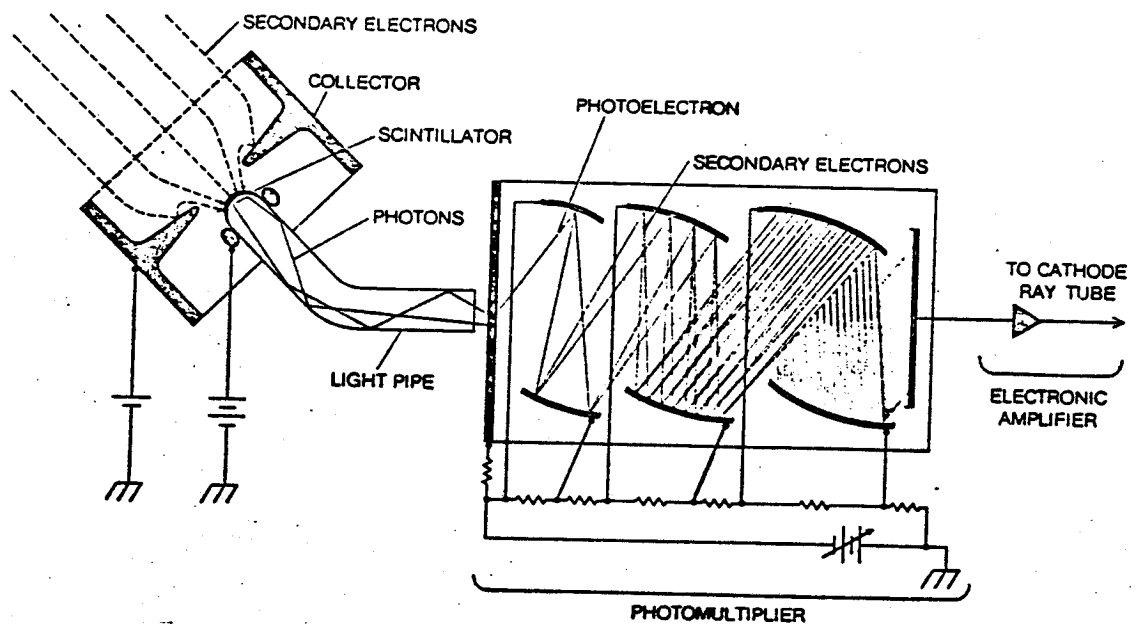


Fig. 5

Detektor för elektroner

Kollektorns galler hålls på omkring +100 V för att "suga in" sekundärelektronerna och öka detektorns verkningsgrad. De elektroner, som passerat gallret, accelereras inuti kollektorn till 10 keV energi innan de träffar scintillatorytan, där varje elektron producerar flera fotoner. Fotonerna förs av ljusledaren till fotomultiplikatorröret, där de frigör fotoelektroner som acceleras. Varje fotoelektron startar en kaskad om 10^5 - 10^6 elektroner och denna puls förstärks ytterligare i en yttre förstärkare innan den får styra intensiteten på CRT.

4. SEM:S ARBETSMODER

Vi har hittills beskrivit SEM då det arbetar i sin vanligaste avbildande mod, sekundäremissions-moden. Energetiska elektroner växelverkar emellertid med materia på många sätt och varje process, som utsänder strålning eller ger någon detekterbar fysikalisk förändring, kan användas för att ge en "bild" av provet.

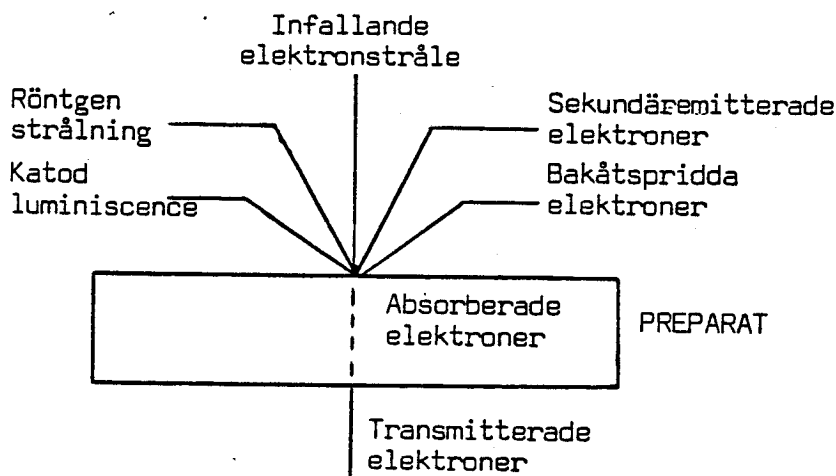


Fig.6

4.1 Avbildning med elektroner

Figuren visar kvalitativt energifördelningen hos de elektroner, som lämnar provet i bakåtriktningen, då de infallande elektronernas energi är 10 keV.

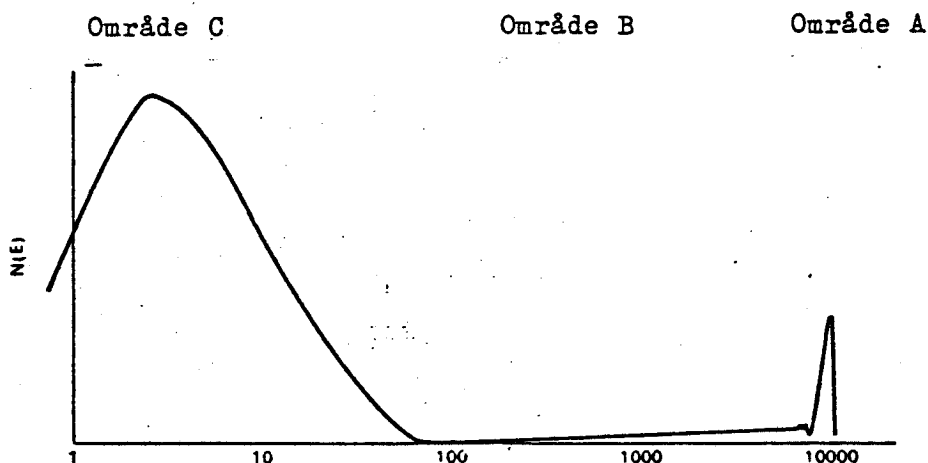


Fig 7

Område A representerar de bakåtspridda (primära) elektronerna vars energier är ungefär lika med de infallande elektronernas. Antalet bakåtspridda elektroner utgör 2-5% av antalet infallande.

Område B representerar en bakgrundsfordelning av bakåtspridda elektroner med lägre energier. Intensiteten per energiintervall är liten i detta område, men totalt innehåller det betydligt fler elektroner än område A.

Område C representerar de sekundäremitterade elektronerna, som har energier mellan 0 och 50 eV. Denna del av intensitetsfordelningen har ungefär samma form oberoende av provmaterialets sammansättning. Totalt emitteras ungefär 1 sekundärelektron per infallande elektron.

Elektronstrålen sprids, då den tränger in i materialet, varför den effektiva stråldiametern blir större än den infallande strålens. Figuren visar den päronformade aktiveringsvolymen för några processer.

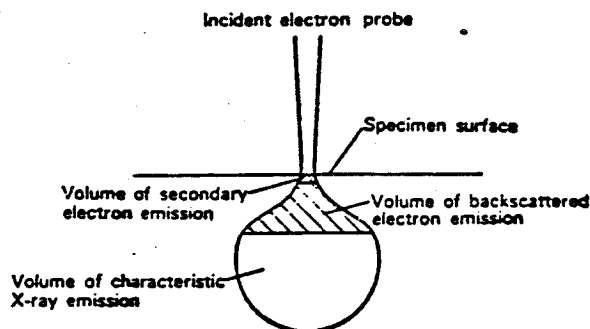


Fig.8 Excitationsvolumer för skilda processer

Instrumentets reella upplösning kommer därför att bero av vilken arbetsmod vi väljer och om vi bortser från inverkan av ströfält och mekaniska vibrationer blir det huvudsakligen tre faktorer som bestämmer upplösningen:

- A. Infallande strålens diameter
- B. Strålens breddning i materialet
- C. Signal-brus förhållandet

Den relativa betydelsen av dessa faktorer vid olika arbetsmoder är i korthet följande:

4.1.1 Sekundäremissions-mod

Sekundär elektronerna har energier < 50 eV och därför mycket liten räckvidd i materialet. De kommer från ett skikt inom 5 nm från provets yta, där den infallande strålningens breddning är försumbar. Upplösningen begränsas av A (ev C) och är 10-30 nm.

Detta är SEM:s vanligaste arbetsmod.

4.1.2 Reflektions-mod

Bakåtspridda elektroner har åtskilliga keV energi och därför en avsevärd räckvidd i provet. Upplösningens förmåga begränsas av faktorn B och är i bästa fall 50 - 200 nm för element med lågt respektive högt atomnummer.

4.1.3 Transmissions-mod

För tillräckligt tunna prover (< 10 nm) är strålbreddningen försumbar och upplösningen bestäms av A. Vid tjockare prover dominerar faktorn B. Normalt erbjuder ett konventionellt svepelektronmikroskop i denna mod inga fördelar framför transmissionselektronmikroskopet.

4.1.4 Absorptions-mod

Preparatet hålles isolerat och man mäter strömmen från preparatet till jord. Variationer i antalet emitterade och bakåtspridda elektroner (då den infallande strömmen hålls konstant) ger en motsvarande variation i absorberad ström och bildens kontrast blir komplementär till dessa moders. Upplösningen begränsas huvudsakligen av C (p g a brus i yttre förstärkare) och är 0.1 - 1 μm .

4.2 Konduktiv mod

De elektriska egenskaperna hos halvledarmaterial och halvledarkomponenter som p-n övergångar, integrerade kretser m m kan också undersökas i SEM. En spänning anslutes på lämpligt sätt över provet och strömmen i det kretselement man vill studera användes som utsignal från SEM. I halvledarmaterialet alstrar varje infallande elektron tusentals elektron-hål par, som ger upphov till en ström. Strömmen beror av konduktiviteten i punkten samt av rekombinationstid och mobilitet för elektron-hål paren och bildkontrasten kommer att representera denna ström. Man kan på så sätt t ex lokalisera komponentfel p g a föroreningar eller dåliga kontakter.

Elektromagnetisk strålning

Den infallande elektronstrålen exciterar förutom elektroner även elektromagnetisk strålning inom huvudsakligen två energiområden, luminiscensstrålning och röntgen.

4.3 Luminiscens-mod

Vissa material bl a polymerer, mineraler, biologiska material samt färgpigment utsänder ljus då de träffas av elektroner. Strålningen kan detekteras med en ljusledare och en fotomultiplikator eller en spektrometer. Upplösningen begränsas i allmänhet av detektorsystemets låga verkningsgrad till 0.1 - 1 μm . Avbildningen kräver en långsam svephastighet dels p g a det dåliga signal-brusförhållandet dels därför att många material har långa efterlysningstider.

Luminiscens-moden användes till exempel för att identifiera färgpigment vid äkthetsundersökningar av konstföremål och vid forensiska analyser.

Då materia bestrålas med högenergi-elektroner skapas röntgenstrålning, dels en kontinuerlig bakgrund av bromsstrålning (vit strålning) dels diskreta "linjer" karakteristiska för de i provet ingående elementen. Figuren visar kvalitativt intensitetsfördelningen hos den röntgenstrålning, som exciteras då Mo beskjs med 50 keV elektroner.

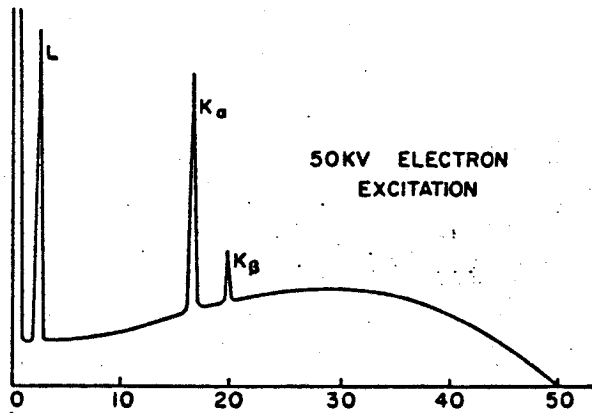


Fig.9

Kvalitativt röntgenspektrum för Mo bestrålat med 50 keV elektroner.

Den karakteristiska strålningen utsänds då yttre elektroner fyller vakanser (skapade genom kollisioner med högenergi-elektroner) i de innersta skalerna.

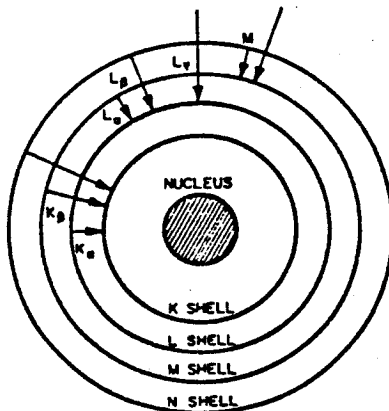


Fig.10

Schematisk bild av de inre elektronskalerna.

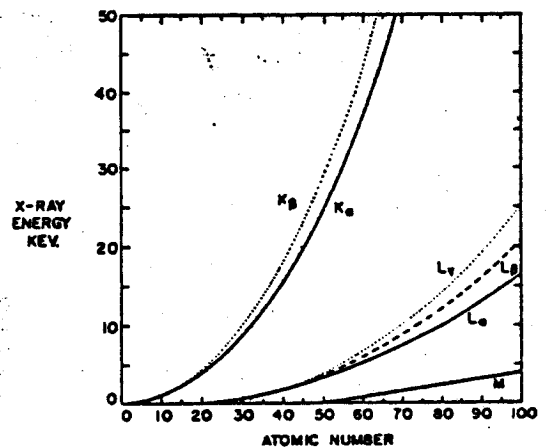


Fig.11

Röntgenstrålningens energi för elementen (som funktion av atomnumret).

Elementens karakteristiska röntgenenergi ökar med ökande atomnummer, och vi kan med 30 keV elektroner t ex inte excitera K-linjerna för de tyngre elementen. Energin är emellertid tillräcklig för att excitera L och M linjerna för samtliga element.

Skilda aspekter av röntgenstrålningen och dess detektering har behandlats utförligare i avsnitten B "Analys medelst röntgen-diffraktion" samt F "Spårelementanalys" varför här endast givits en kort sammanfattning.

Svepelektronmikroskopet fungerar tillsammans med preparatet som ett röntgenrör och genom att analysera den utsända, karakteristiska strålningen kan man bestämma de relativa halterna av de i provet ingående elementen. Under goda förhållanden är känsligheten ungefär 1 på 10^4 för tyngre element medan lätta element är svårare att bestämma.

För analys av röntgenstrålning finns två huvudtyper av spektrometrar, våglängdsupplösande spektrometrar och energiupplösande spektrometrar.

4.4.1 Våglängdsupplösande spektrometrar

Röntgenstrålningen från provet får via en spalt träffa en analysator-kristall, som under Braggvinkeln diffrakterar strålning av en bestämd våglängd mot en detektor. Man får maximal verkningsgrad då preparat, kristall och detektor ligger på en cirkel (Rowland cirkel) och ett spektrum registreras genom att synkront vrida kristall och detektor så att Braggvillkoret succesivt uppfylles för alla våglängder samtidigt som intensiteten registreras som funktion av vridningsvinkeln (våglängden). Detektorn utgöres av en gasflödes-proportionalräknare. Denna har ett mycket tunt fönster och kan därför även detektera röntgenstrålningen från lätta element.

Vi kan sammanfatta våglängdsupplösande spektrometrars egenskaper sålunda:

- Fördelar:
1. God upplösning (några eV) ger skarpa max och bra signal-brus förhållande. Lämplig för kvantitativ analys.
 2. Hög räknehastighet (50 000 pulser per sekund).
 3. Kan registrera även mjuk röntgenstrålning; med en lämplig kristall kan beryllium K (0.11 keV) detekteras.

- Nackdelar:
1. Låg (geometrisk) verkningsgrad. Registrerar endast ett våglängdsintervall i taget och är således tidskrävande.
 2. Komplicerad att tillverka och handha.

4.4.2 Energiupplösande spektrometrar

Röntgenstrålningen får falla på en halvledardetektor, som är så förspänd att den avger en spänningpuls proportionell mot ett infallande röntgenkvantums energi. Spänningpulserna sorteras och lagras i en mångkanals analysator och kan sedan efter önskad databehandling (t ex subtraktion av bakgrundsintensiteten) presenteras i form av ett spektrum på en bildskärm.

Halvledardetektorns egenskaper kan sammanfattas sålunda:

- Fördelar:
1. Hög (geometrisk)verkningsgrad
 2. Registrerar samtidigt fotoner inom hela energispektrum; en kvalitativ analys kan göras snabbt (5 - 10 min)
 3. Enkel att använda

- Nackdelar:
1. Låg upplösning (omkring 200 eV)
 2. Okänslig för låga fotonenergier (<1 keV). Kan således ej användas för analys av C, N eller O.

De energiupplösande spektrometrarnas större smidighet och lägre anskaffningskostnader har medfört att flertalet SEM utrustats med denna möjlighet till röntgenanalys, men för att kunna utföra en fullständig, kvantitativ analys krävs fortfarande en våglängdsupplösande spektrometer.

4.4.3 Koncentrationskartor

Man kan också göra en mera direkt avbildning av fördelningen av ett element i provet. Pulserna från röntgendetektorn används som SEM:s utsignal och det ger en koncentrationskarta över provets yta på CRT. Avbildningen är ej så subtil; varje gång en röntgenfoton detekteras markeras en motsvarande ljusfläck på CRT. När hela bilden svepts kommer alltså tätheten av fläckar i bilden att representera den relativa koncentrationen av det valda elementet.

Metoden är relativt okänslig och kan endast användas för de ämnen vars relativa koncentrationer är 10%. Sveptiderna är långa och ofta krävs 1000 s för att ge en meningsfull bild.