

⑤

Int. Cl. 3:

G 01 N 23/225

H 01 J 37/26

⑱ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES PATENTAMT



⑪

Patentschrift **27 33 966**

⑫

Aktenzeichen: P 27 33 966.8-52

⑬

Anmeldetag: 27. 7. 77

⑭

Offenlegungstag: 1. 2. 79

⑮

Bekanntmachungstag: 22. 5. 80

⑯

Ausgabetag: 29. 1. 81

Patentschrift stimmt mit der Auslegeschrift überein

⑳

Unionspriorität:

⑳ ㉑ ㉒

㉔

Bezeichnung: Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator

㉕

Patentiert für: Institut metallfiziki Akademii Nauk Ukrainskoj SSR, Kiew (Sowjetunion)

㉖

Vertreter: Eitle, W., Dipl.-Ing.; Hoffmann, K., Dipl.-Ing. Dr.rer.nat.;
Lehn, W., Dipl.-Ing.; Fücksle, K., Dipl.-Ing.;
Hansen, B., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Pat.-Anwälte, 8000 München

㉗

Erfinder: Cherepin, Valentin Tichonovitsch; Olckovsky, Valery Leonidovitsch;
Kiew (Sowjetunion)

㉘

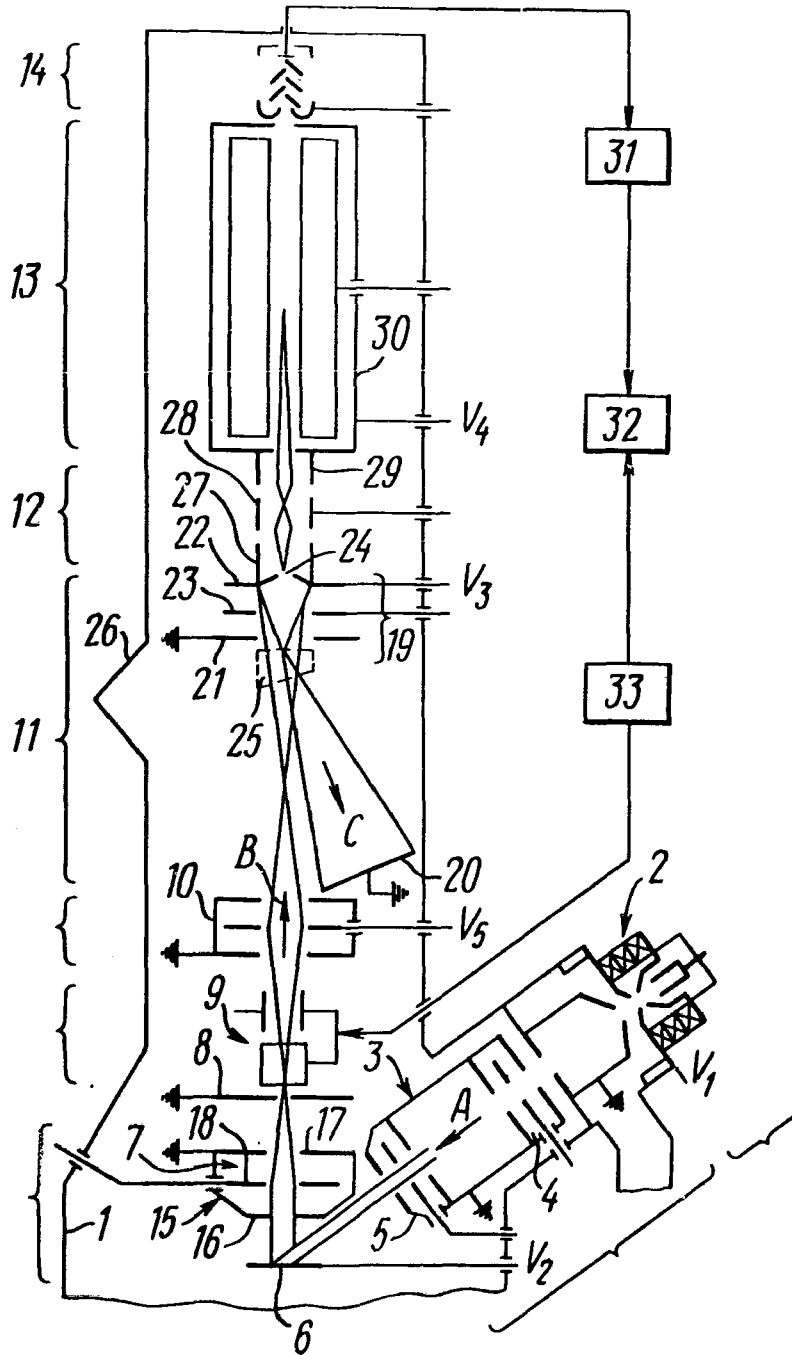
Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

SU 1 84 336

Journal of Physics E, Bd. 8, Nr. 10, Oktober

1975, S. 797-808

DE 27 33 966 C 3



Patentansprüche:

1. Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator, mit einer in einer Vakuumkammer angeordneten Ionenquelle mit einem fokussierenden System zum Beschuß der Oberfläche eines zu untersuchenden Objekts, einem die aus dem zu untersuchenden Objekt emittierten Sekundärionen beschleunigenden und fokussierenden Immersionsobjektiv, dem eine Aperturblende nachgeordnet ist und das in der Ebene einer Blende zur Aussonderung eines Bildelements ein vergrößertes Ionenbild erzeugt, und — in Richtung des sekundären Ionenbündels weiter hintereinander angeordnet — mit einem Massenfilter und einem Ionendetektor sowie außerdem einer mit dem Ausgang des Ionendetektors verbundenen und außerhalb der Vakuumkammer angeordneten Registriervorrichtung, dadurch gekennzeichnet, daß hinter der Aperturblende (8) in Richtung des sekundären Ionenbündels ein ionenoptischer Umformer (11) angeordnet ist, der eine durchgehende Öffnung (24) entlang der Achse des Ionenbündels hat, welche die Funktion der Blende zur Aussonderung eines Bildelements hat, und der weiterhin so ausgebildet ist, daß von ihm aufgrund des sekundären Ionenbündels ausgehende Teilchen aus dem Ionenbündel abgelenkt werden und daß ein Leuchtschirm (20) so angeordnet ist, daß die abgelenkten Teilchen senkrecht auf ihm auftreffen.

2. Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Durchmesser der Öffnung (24) gleich dem Produkt aus der optischen Auflösung des Mikroskops und dem Koeffizienten der linearen Vergrößerung des Ionenbilds in der Ebene der Öffnung (24) ist.

3. Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß er eine vor dem ionenoptischen Umformer (11) in Richtung des sekundären Ionenbündels in einer derartigen Entfernung von der Öffnung (24) angeordnete Projektionslinse (10) aufweist, daß der Durchmesser des gesammelten sekundären Ionenbündels in der Öffnung (24) nicht den Durchmesser der Öffnung in der Aperturblende (8) übersteigt.

Die Erfindung bezieht sich auf einen Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator, mit einer in einer Vakuumkammer angeordneten Ionenquelle mit einem fokussierenden System zum Beschuß der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts und, in Richtung des sekundären Ionenbündels hintereinander angeordnet, einem Immersionsobjektiv, einer Aperturblende, einer Blende zur Aussonderung eines Bildelements, einem Massenfilter und einem Ionendetektor und außerdem einer mit dem Ausgang des Ionendetektors verbundenen und außerhalb der Vakuumkammer angeordneten Registriervorrichtung.

Ein Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator der eingangs genannten Art ist aus Journal of Physics E, Band 8, Nr. 10, Oktober 1975, Seiten 797 bis 808 bekannt.

Ionenmikroanalysatoren, bei denen das zu untersuchende Objekt dem Beschuß durch einen stark gebündelten Ionenstrahl (Mikrosonde) ausgesetzt wird

und bei denen die von dem Objekt emittierten Sekundärionen mit Hilfe eines Massenfilters analysiert werden, sind an sich bekannt. Bei solchen Mikroanalysatoren wird die Aufgabe der kontrollierten Auswahl eines Bereichs der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts zur Durchführung einer Massenspektrometrie mit Hilfe optischer Spiegel-Linsen-Mikroskope gelöst, bei denen ein Teil der optischen Elemente sich unmittelbar am Objekt befindet und dadurch der Verstaubung im Verlauf der Analysedurchführung ausgesetzt ist, wodurch die Funktion des Mikroanalysators beeinträchtigt wird.

Die bekannten Vorrichtungen weisen außerdem den Nachteil auf, daß in Mikrosonden die Kontrolle der Lage des Beschußpunktes des zu untersuchenden Objekts während der Analysedurchführung erschwert ist, da sich ein wahrnehmbarer Krater erst nach der Analysedurchführung bildet. Die Durchführung von lokalen Schichtanalysen ist ebenfalls durch den Einfluß der Kraterwände erschwert, besonders bei Benutzung einer Sonde mit geringem Durchmesser.

Bekannt sind weiter Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysatoren, bei denen das von dem beim Beschuß des Objekts durch ein Ionenbündel emittierten Sekundärionen erzeugte Ionenbild der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts in einem Magnetmassenfilter in Elementarbilder zerlegt wird und dann das von Ionen einer Art erzeugte ausgesonderte Bild am Leuchtschirm mit Hilfe eines Ionen-Elektronen-Umformers sichtbar gemacht wird. Das Bild zeigt in diesem Fall nur die Topographie der Verteilung eines bestimmten chemischen Elements. Die Durchführung einer Analyse verschiedener chemischer Elemente eines Abschnittes der Oberfläche eines Objekts in einem Bereich, der durch die optische Auflösung des Geräts bestimmt wird, ist in solch einer Vorrichtung erschwert, da sich bei der Anordnung eines optischen Ionenumformers nach einem magnetischen Massenfilter das Bild des Objekts auf dem Leuchtschirm bei der Neueinstellung des erwähnten Massenfilters von einer Masse auf eine andere verlagert.

Bekannt ist weiterhin ein Ionenemissionsmikroskop-Analysator, der eine in einer Vakuumkammer angeordnete Ionenquelle mit einem fokussierenden System zum Beschuß der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts und, hintereinander angeordnet, ein Immersionsobjektiv, eine Aperturblende, eine Blende zur Aussonderung eines Bildelements, einen Massenfilter und einen Ionendetektor enthält, die von dem aus der beschossenen Oberfläche austretenden Bündel Sekundärionen nacheinander durchlaufen werden. Außerdem enthält der bekannte Mikroskop-Mikroanalysator eine mit dem Ausgang des Ionendetektors verbundene und außerhalb der Vakuumkammer angeordnete Registriervorrichtung (siehe Urheberschein der UdSSR Nr. 1 84 366 in der Klasse 21g, 37/01, von 1964).

Solch ein Mikroskop-Mikroanalysator ermöglicht es, eine Objektanalyse in einem Bereich durchzuführen, der von der optischen Auflösung des Mikroskops bestimmt wird, besitzt jedoch keine Mittel zur Auswahl und Kontrolle des Durchführungsorts der Lokalanalyse unmittelbar während der Durchführung der Analyse und erfordert zusätzliche, indirekte Maßnahmen zur Bestimmung des Durchführungsortes der Lokalanalyse.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator mit einer Vorrichtung auszurüsten, die es ermöglicht, die synchron mit der Durchführung einer Lokalanalyse eines

Objekts erfolgende Kontrolle des Orts der Analyse in verbesserter Weise vorzunehmen.

Diese Aufgabe wird mit einem Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator der eingangs beschriebenen Art erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß hinter der Aperturblende in Richtung des sekundären Ionenbündels ein ionenoptischer Umformer angeordnet ist, der eine durchgehende Öffnung entlang der Achse des Ionenbündels hat, welche die Funktion einer Blende zur Aussonderung eines Bildelements hat, und der weiterhin so ausgebildet ist, daß von ihm aufgrund des sekundären Ionenbündels ausgehende Teilchen aus dem Ionenbündel abgelenkt werden und daß ein Leuchtschirm so angeordnet ist, daß die abgelenkten Teilchen senkrecht auf ihm auftreffen.

Die erfindungsgemäße Ausbildung ermöglicht es, das ungetrennte Ionenbild visuell zu gestalten, welches nicht nur von der Konzentrationsverteilung der Elemente, sondern auch vom Relief der zu untersuchenden Oberfläche (durch das schrägfallende primäre Ionenbündel) Informationen trägt, womit das beobachtete Bild mit dem beim optischen bzw. beim Elektronenmikroskop erhaltenen Bild anschaulich in Korrelation steht, was die Möglichkeit gibt, sich bei der Auswahl des notwendigen Oberflächenabschnitts durch Durchführung der Lokalanalyse leicht zu orientieren.

Bei der Untersuchung von feinen Folien oder Oberflächenschichten, beispielsweise bei der Beobachtung einer Beizkraterlage, ist es bei der eingangs genannten, bekannten Anordnung, die zur Kontrolle ein optisches Mikroskop verwendet, schwierig, die Bestimmung des Orts der lokalen Analyse vorzunehmen, da die objektive Bestimmung der analysierten Stelle nicht gleichzeitig mit der Analyse erfolgt, sondern anschließend, d. h. nach Bildung eines bemerkbaren Kraters.

Darüber hinaus ist bei der Anordnung der vorausgehend aufgeführten SU-PS 1 84 366 bei Verwendung eines relativ breiten primären Bündels zur Durchführung der schichtweisen Analyse, durch welche eine Beeinflussung der Auflösung nach der Tiefe der gebeizten Schicht durch die Kraterwandungen ausgeschlossen werden soll, bei einer Lokalanalyse, welche mit der Größe der optischen Auflösung vergleichbar ist, die Lage des analysierten Punktes überhaupt nicht bestimmbar.

Zur Sicherstellung der maximalen Lokalisierbarkeit der Analyse ist es empfehlenswert, den Durchmesser der Öffnung so zu wählen, daß er gleich dem Produkt aus der optischen Auflösung des Mikroskops und dem Koeffizient der linearen Vergrößerung des Ionenbildes in der Ebene der Öffnung ist.

Um ein Variieren der Lokalität der Analyse ohne Veränderung der Abmessungen der Öffnung zu ermöglichen, ist es zweckmäßig, den Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator mit einer Projektionslinse auszurüsten, die vor dem ionenoptischen Umformer in Richtung des Bündels der Sekundärionen in einer derartigen Entfernung von der Öffnung angebracht ist, daß der Durchmesser des gesammelten Bündels der Sekundärionen in der Öffnung nicht größer ist als der Durchmesser der Öffnung in der Aperturblende.

Im folgenden ist die Erfindung anhand der Beschreibung einer Ausführungsform und der Zeichnung erläutert, deren einzige Figur schematisch einen Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator entsprechend der Erfindung zeigt.

Wie in der Zeichnung dargestellt, befinden sich in einer Vakuumkammer 1 eine Ionenquelle 2, im

gegebenen Fall ein Duoplasmatron mit einer Kaltkatode, und ein fokussierendes System 3, das aus zwei hintereinander angeordneten und auf der Achse der Ionenquelle 2 befindlichen Einzellinsen 4 und 5 besteht. Die Ionenquelle 2 und das fokussierende System 3 bilden ein Primärionenbündel (Pfeil A) zum Beschuß eines Abschnittes der Oberfläche eines zu untersuchenden Objekts 6, das sich ebenfalls in der Vakuumkammer 1 befindet. Außerdem befinden sich in der Vakuumkammer 1 auf der Achse des von der beschossenen Oberfläche des Objekts 6 emittierten sekundären Ionenbündels (Pfeil B) hintereinander ein aus vier Elektroden bestehendes Immersionsobjektiv 7, eine Aperturblende 8, ein elektrostatisches Ablenkungssystem 9, eine Projektionslinse 10, ein ionenoptischer Umformer 11, ein Bremssystem 12, ein vierpoliger Massenfilter 13 und ein Ionendetektor 14.

Das aus vier Elektroden bestehende Immersionsobjektiv 7 wird von dem das sekundäre Ionenbündel emittierenden Objekt 6 und einer assymmetrischen Einzellinse 15 gebildet, die aus zwei geerdeten Blenden 16 und 17 und einer isolierten Blende 18 besteht, die sich zwischen den geerdeten Blenden 16 und 17 befindet.

Die Abmessung der Öffnung der Aperturblende 8 wird geringer als der Durchmesser des Brennflecks des Sekundärbündels in der Ebene der Blende 8 gewählt.

Das elektrostatische Ablenkungssystem 9 besteht aus zwei hintereinander und zueinander senkrecht angeordneten Paaren flacher Platten.

Die weiter auf der Achse befindliche Projektionslinse 10 ist eine aus drei Elektroden bestehende Einzellinse ähnlich der oben beschriebenen Linse 15, hat aber eine größere Öffnung in den Blenden.

Der ionenoptische Umformer 11 besteht aus einem ionenelektronischen Umformer 19 und einem Leuchtschirm 20, der das Elektronenbild in ein optisches Bild umformt.

Der ionenelektronische Umformer 19 ist ein aus drei Elektroden bestehendes Immersionsobjektiv, das aus einer geerdeten, Anoden 21 im Verhältnis zu den Elektronen bildenden Blende, einer Katode 22 mit einem im Verhältnis zur geerdeten Anode 21 negativen Potential und einer zwischen beiden gelegenen Blende, einer fokussierenden Elektrode 23, besteht. Die Katode 22 ist konkav gekrümmt und hat einen Krümmungsradius, der eine gleichmäßige Scharfeinstellung auf dem gesamten Gesichtsfeld des Elektronenbilds in der Ebene eines planen Leuchtschirms 20 gewährleistet. Die Katode 22 wird aus einem Werkstoff mit einem hohen Elektronenemissionskoeffizienten gefertigt, um die Bildhelligkeit zu erhöhen, und sie wird mit einer durchgehenden Öffnung 24 auf der Achse des sekundären Ionenbündels versehen. Im beschriebenen Beispiel ist die Öffnung 24 rund und hat einen Durchmesser, der gleich dem Produkt aus der optischen Auflösung des Mikroskops und dem Koeffizienten der linearen Vergrößerung des von dem Immersionsobjektiv 7 in der Ebene der Öffnung 24 in der Katode 22 des ionenelektronischen Umformers 19 gebildeten Ionenbildes ist.

Die Dicke der Katode 22 übersteigt in der Umgebung der Öffnung 24 nicht den Durchmesser der Öffnung 24.

Die Projektionslinse 10 ist in einer derartigen Entfernung von der Ebene der Öffnung 24 angeordnet, daß der Durchmesser des gesammelten sekundären Ionenbündels in der Ebene der Öffnung 24 den Durchmesser der Öffnung in der Aperturblende 8 nicht übersteigt. Im gegebenen Fall ist die Projektionslinse 10

in der Mitte zwischen der Ebene der Aperturblende 8 und der Ebene der Öffnung 24 angebracht.

Die Öffnung 24 erfüllt die Funktion einer Blende zur Aussonderung eines Bildelements. Vor dem ionenelektronischen Umformer 19 in Richtung des Ionenbündels ist ein Magnetprisma 25 angeordnet, das das Elektronenbündel (Pfeil C) auf den Leuchtschirm 20 lenkt, der unter einem solchen Winkel zur Achse des Bündels befestigt ist, daß das Elektronenbündel aus dem ionenelektronischen Umformer 19 senkrecht auf den Leuchtschirm 20 auftrifft. In der Wand der Vakuumkammer 1 befindet sich ein Sichtfenster 26 zur Beobachtung des Bildes auf dem Leuchtschirm 20.

Das Bremssystem 12 besteht aus drei hintereinander angeordneten zylindrischen Elektroden 27, 28, 29 von gleichem Durchmesser, wobei die Elektrode 27 konstruktiv und elektrisch mit der Katode 22 verbunden ist und die Elektrode 29 mit dem Bildschirm 30 des vierpoligen Massenfilters 13.

Als Ionendetektor 14 wird ein Sekundärelektronenvervielfacher verwendet.

Außerdem enthält der Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator einen außerhalb der Vakuumkammer 1 angeordneten Elektronenverstärker 31, dessen Eingang an den Ausgang des Elektronendetektors 14 angeschlossen ist, eine Registriervorrichtung 32, im gegebenen Fall eine Elektronenstrahlröhre, die mit einem Eingang an den Ausgang des Verstärkers 31 und mit dem anderen Eingang an einen der Ausgänge eines Ablenkgenerators 33, dessen anderer Ausgang mit dem Ablenkungssystem 9 verbunden ist, angeschlossen ist.

Der beschriebene Ionenemissionsmikroskop-Mikroanalysator arbeitet auf folgende Weise.

Beim Einschalten der Ionenquelle 2 und bei Zuführung von Energie (die Energiequellen sind in der Zeichnung nicht dargestellt) an die Elektroden des Geräts beschießt das primäre Ionenbündel (Pfeil A) mit einer Energie, die durch den Unterschied der Potentiale V_1 und V_2 der Ionenquelle 2 bzw. des Objekts 6 bestimmt wird, einen Abschnitt der Oberfläche des zu untersuchenden Objekts 6.

Das Immersionsobjektiv 7 beschleunigt und fokussiert die aus dem zu untersuchenden Objekt 6 unter Einwirkung des Primärionenbündels emittierten Sekundärionen und erzeugt in der Ebene der Katode 22 des ionenelektronischen Umformers 19 ein vergrößertes Ionenbild, das die Struktur der zu untersuchenden Oberfläche des Objekts 6 charakterisiert. Das sekundäre Ionenbündel beschießt die Katode 22 mit einer Energie, die durch die Potentiale V_2 des zu untersuchenden Objekts 6 und V_3 der Katode 22 bestimmt wird.

Die aus der Katode 22 emittierten Elektronen werden vom Magnetprisma 25 abgelenkt und auf der Oberfläche des Leuchtschirms 20 fokussiert, wobei sie ein vergrößertes Bild des zu untersuchenden Abschnitts der Oberfläche des Objekts 6 und ein vergrößertes Bild der Öffnung 24 in der Katode 22 erzeugen. Letzteres beobachtet man auf dem Leuchtschirm 20 als unbeweglichen dunklen Fleck mit einem Durchmesser, der sich aus dem Produkt aus dem Durchmesser der Öffnung 24 in der Katode 22 und dem Koeffizienten der linearen Vergrößerung des ionenelektronischen Umformers 19 ergibt.

Durch Verschieben des Objekts 6 in der Ebene der Bestrahlungsoberfläche oder durch Verschieben des Ionenbildes des Objekts in der Ebene der Katode 22 mit Hilfe des Ablenkungssystems 9 bringt man das Bild jedes Strukturelements der zu untersuchenden Oberfläche, dessen lokale chemische Zusammensetzung bestimmt werden soll, mit dem unbeweglichen Abbild der Öffnung 24 in der Katode 22 in Übereinstimmung.

Die durch die Öffnung 24 im ionenoptischen Umformer 11 hindurchgetretenen Ionen werden im Feld des Bremssystems 12 bis auf eine Energie abgebremst, die notwendig für das Funktionieren des vierpoligen Massenfilters 13 ist. Dabei wird die Energie der in den Massenfilter 13 gelangenden Ionen durch den Unterschied des Potentials V_2 des Objekts 6 und V_4 des Bildschirms 30 des vierpoligen Massenfilters 13 bestimmt.

Aus dem Massenfilter gelangen die nach ihrer Masse sortierten Ionen auf den Ionendetektor 14, an dessen Ausgang ein elektrisches Signal mit der Information über die Elementenzusammensetzung des Stoffes des Objekts 6 am Ort der Durchführung der Lokalanalyse erscheint. Dabei wird die Lokalität der Analyse vom Durchmesser der Öffnung 24 und dem Koeffizienten der linearen Vergrößerung des Ionenbildes des Objekts 6 in der Ebene der Katode 22 bestimmt.

Zur Veränderung der Lokalität der Analyse wird die Projektionslinse 10 eingeschaltet, indem man sie mit dem Potential V_5 beaufschlagt. Durch Veränderung des Potentials V_5 ändert man die Brechkraft der Linse 10, wodurch eine Veränderung der Größe des Ionenbildes des Objekts 6 in der Ebene der Katode 22 (Veränderung der Lokalität) ohne Veränderung des Durchmessers der Öffnung 24 erreicht wird. Bei einem bestimmten Wert der Brechkraft der Projektionslinse 10 geht das gesammelte Ionenbündel vollkommen durch die Öffnung 24 in der Katode 22 hindurch, wodurch die Ionen des umfassenden Ionenbildes der zu untersuchenden Oberfläche in den Massenfilter 13 gelangen.

Beim Einschalten des Ablenkgenerators 33 und Einstellung des Massenfilters 13 auf eine bestimmte Masse wird das vom Verstärker 31 verstärkte Signal vom Ionendetektor 14 an die Registriervorrichtung 32 geleitet, die mit dem Ablenkungssystem 9 mit Hilfe des Ablenkgenerators 33 synchronisiert ist.

Dadurch entsteht in der Registriervorrichtung 32 (auf dem Bildschirm der Elektronenstrahlröhre) ein Bild, das die Verteilung der Ionen einer bestimmten Masse in der Oberfläche des Objekts kennzeichnet.

Auf diese Weise ermöglicht der Einbau des ionenoptischen Umformers 11 mit der Öffnung 24, die ein Element des Bildes aussondert, vor dem Massenfilter 13 ein ungeteiltes Ionenbild, das die Struktur der zu untersuchenden Oberfläche charakterisiert, auf dem Leuchtschirm 20 sichtbar zu machen und danach einen bestimmten Bereich zur Durchführung von chemischen Analysen und Isotopenanalysen auszuwählen. Dabei erhöht sich die Genauigkeit der Auswahl der Stelle zur Durchführung einer Lokalanalyse und es entfällt die Notwendigkeit der Anwendung optischer Mikroskope oder anderer Systeme, mit deren Hilfe die Stelle für die Durchführung einer Lokalanalyse festgelegt wird.