

ТЕХНОЛОГИИ

Современные технологии визуализации тонких структур.

Растровая электронная микроскопия Часть 3



Текст: Андрей Ляпин, к.г.-м.н.



Существуют три типа электронных пушек: с температурной эмиссией (TE), с полевой эмиссией (FE) и с катодом Шотки (SE).

Устройство пушки термоэмиссионного (TE) типа было описано в предыдущих материалах. В этом разделе рассматриваются пушки с полевой эмиссией и пушки с катодом Шотки.

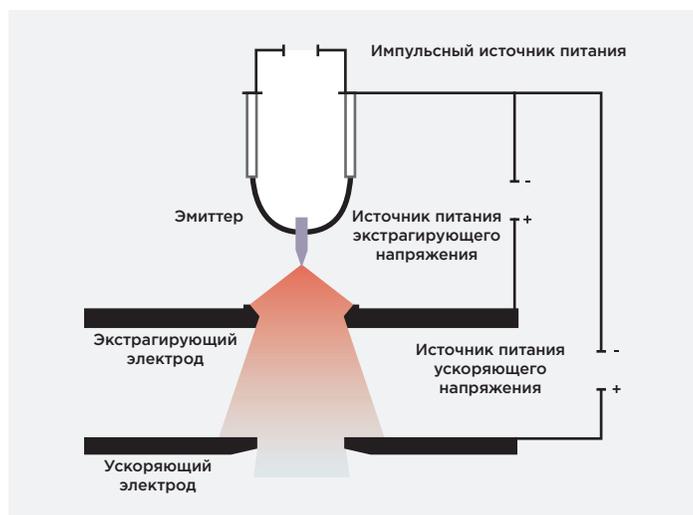
Электронная пушка с полевой эмиссией

В растровых электронных микроскопах высокого разрешения обычно применяется электронная пушка с полевой эмиссией (Field Emission Gun), также называемая автоэмиссионной пушкой или пушкой с холодным катодом (FE). Пушка работает, используя явление полевой эмиссии, возникающее в проводниках при помещении их в электрическое поле высокого напряжения **рис 27**. Катод пушки изготовлен из тонкой вольфрамовой проволоки, к которой приварен единственный кристалл вольфрама. Радиус закругления наконечника кристалла, выполняющего роль эмиттера, составляет примерно 100 нм. Когда к металлической пластине (экстрагирующий электрод) приложено положительное напряжение (несколько кВ), возникает туннельный эффект, и эмиттер начинает излучать электроны. Если в центре электрода имеется отверстие, эмитированные электроны вылетают через это отверстие, формируя электронный пучок. За электродом экстракции на пути электронов находится ускоряющий электрод с приложенным к нему высоким напряжением, позволяющий получить пучок электронов с заданной энергией. Для того чтобы происходила полевая эмиссия, наконечник эмиттера должен находиться в особо чистых условиях. Поэтому пушку FE-типа помещают в сверхвысокий вакуум со значением порядка 10^{-8} Па.

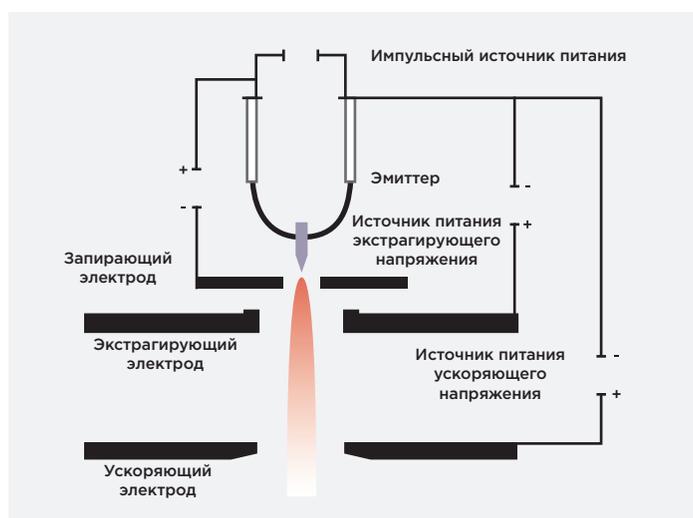
Электронный пучок, излучаемый эмиттером, обладает высокой локальностью, его можно рассматривать как источник излучения диаметром 5-10 нм. Для сравнения: в термоэмиссионной (TE) пушке источник электронов имеет размер 10-20 мкм в диаметре. Поскольку источник электронов в пушке с полевой эмиссией очень мал, она используется в растровых электронных микроскопах высокого разрешения. Другим преимуществом FE пушки является малый разброс энергий электронного пучка, поскольку для эмиссии электронов не используется нагрев эмиттера. В исследованиях при низких ускоряющих напряжениях этот разброс энергий (хроматические aberrации) определяет разрешение, поэтому данное преимущество является очень важным.

Электронная пушка с катодом Шотки

В пушке с катодом Шотки (SE) используется явление температурной эмиссии Шотки (испарение электронов в вакуум), возникающее при помещении нагретых проводников в электрическое поле высокого напряжения. Устройство такой пушки показано на **рис 28**. Катодом является эмиттер из ZrO/W, единственный кристалл вольфрама, покрытый слоем ZrO, имеющий наконечник с радиусом кривизны в несколько сотен нанометров. Покрытие оксидом циркона значительно снижает работу выхода электрона, таким образом, при относи-

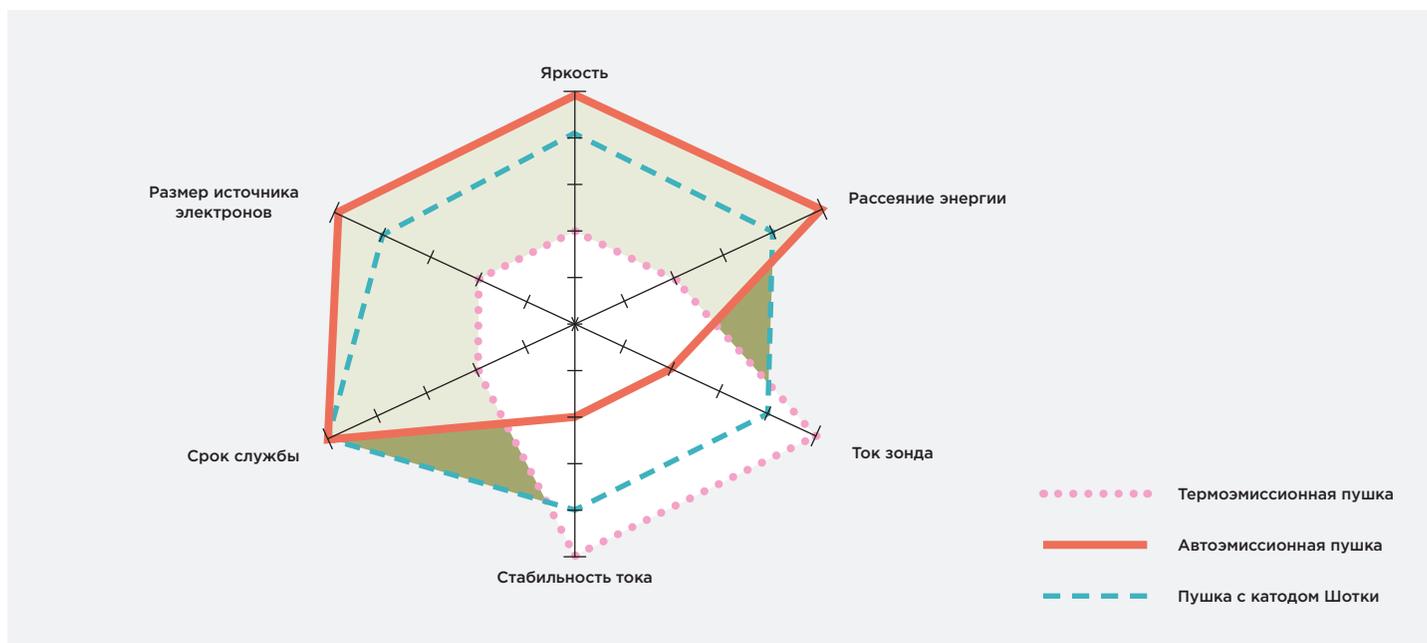


27 Устройство автоэмиссионной электронной пушки с холодным катодом



28 Устройство электронной пушки SE типа

тельно низкой температуре катода около 1800K может быть получен большой ток эмиссии. Для того чтобы экранировать термоэлектроны, исходящие от эмиттера, к электроду, называемому запирающим, приложено отрицательное напряжение. Преимущество SE пушки заключается в стабильности тока электронного пучка, поскольку эмиттер, помещенный в условия сверхвысокого вакуума с давлением 10^{-7} Па, нагревается до высокой температуры без поглощения газа. По сравнению с FE пушкой энергия рассеяния электронного пучка у SE пушки до некоторой степени больше, однако она генерирует больший ток зонда, что очень эффективно для выполнения микроанализа вместе с исследованием морфологии. Пушку этого типа часто называют FE пушкой с термокатодом или же, для удобства, пушкой с термополевой эмиссией.



29 Сравнение электронных пушек трех типов

Сравнение рабочих характеристик электронных пушек разного типа

На радиальной диаграмме рис. 29 приведено сравнение параметров пушек термоэмиссионного типа (ТЕ), пушки с полевой эмиссией (FE) и пушки с катодом Шотки (SE). Пушка FE типа имеет заметное преимущество перед остальными по размеру электронного источника, яркости (количественный параметр, характеризующий плотность тока и параллельность электронного пучка), сроку службы и энергии рассеяния (энергетической ширины) электронного пучка. Пушка ТЕ имеет самые лучшие характеристики тока зонда, но проигрывает по всем другим параметрам. Принимая во внимание данные характеристики, можно констатировать, что FE пушка больше подходит для изучения морфологии на больших увеличениях, пушка ТЕ-типа удобна для универсальных приложе-

ний, таких как микроанализ, не требующий большого увеличения. Пушка с катодом Шотки (SE) занимает промежуточное положение между этими двумя электронными пушками, а область ее применений варьируется от визуальных исследований при большом увеличении до разных видов микроанализа.

В табл. 1 обобщены параметры электронных пушек.

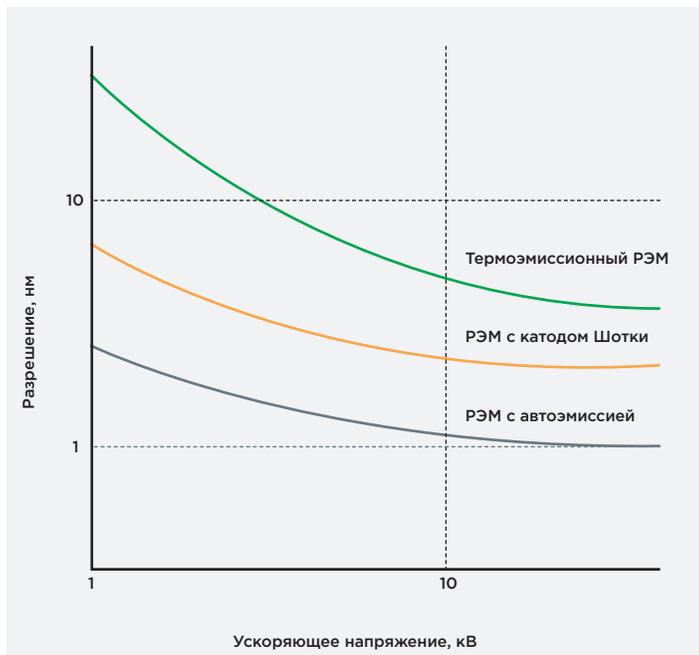
Действительное разрешение РЭМ

Действительное разрешение растрового электронного микроскопа любого типа зависит от ускоряющего напряжения так, как это показано на рис. 30. В общем случае для любого РЭМ: чем выше ускоряющее напря-

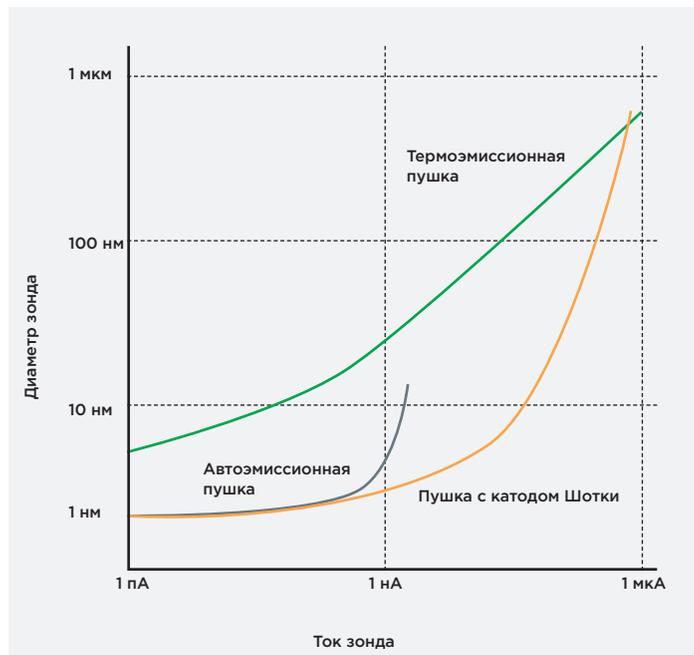
Т 1 Технические характеристики различных электронных пушек

	ТЕ пушка		FE пушка	SE пушка
	Вольфрам	LaB6		
Размер источника электронов	15 - 20 мкм	10 мкм	5- 10 нм	15 - 20 нм
Яркость (Асм-2 рад-2)	10 ⁵	10 ⁶	10 ⁸	10 ⁸
Рассеяние энергии (эВ)	3 - 4	2 - 3	0,3	0,7 - 1
Срок службы	50 часов	500 часов	несколько лет	1 - 2 года
Температура катода (К)	2 800	1 900	300	1 800
Флуктуации тока (за 1 час)	< 1 %	< 2 %	> 10 %	< 1 %

Значение яркости получено при ускоряющем напряжении 20 кВ



30 Соотношение между ускоряющим напряжением и разрешением



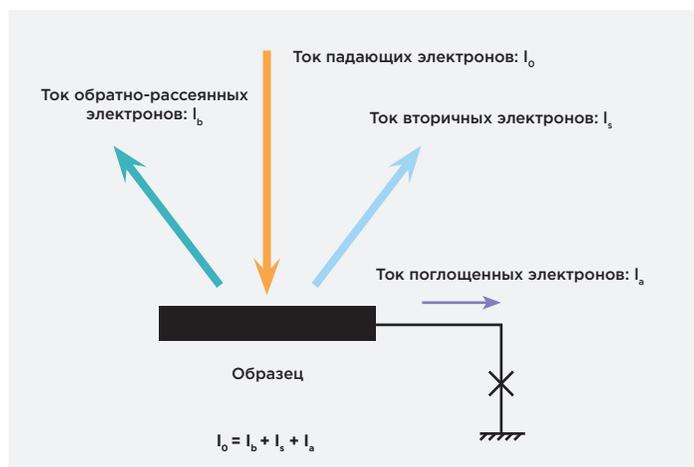
31 Соотношение между током зонда и диаметром зонда. Ускоряющее напряжение 20 кВ

жение, тем лучше разрешение. Если ускоряющее напряжение составляет несколько киловольт, разрешение значительно ухудшается. Снижение разрешения на низких ускоряющих напряжениях происходит из-за влияния хроматических aberrаций. Любопытно, что формы кривых разрешения для РЭМ с катодом Шотки (SE) и РЭМ с автоэмиссионной пушкой (FE) очень похожи и характеризуются плавной зависимостью между параметрами. Для микроскопа с термоэмиссионной пушкой влияние ускоряющего напряжения на разрешение проявляется сильнее.

Интересно также рассмотреть зависимость диаметра зонда от тока зонда рис 31. Для РЭМ с термоэмиссионной пушкой увеличение тока приводит к относительно плавному увеличению диаметра зонда. С другой стороны, для РЭМ с автоэмиссионной пушкой до определенного предела увеличение тока зонда мало влияет на его диаметр. Однако по достижению током величины около 1 нА диаметр начинает радикально нарастать. Пушка FE типа не может генерировать высокий ток зонда, его величина ограничена несколькими нА. В РЭМ с катодом Шотки возможно получить намного больший ток, при этом увеличение диаметра зонда происходит не так резко, как в автоэмиссионной пушке с холодным катодом. Поэтому пушка с катодом Шотки хорошо подходит для аналитических задач, требующих высокой энергии пучка.

Накопление заряда и его влияние

Как говорилось ранее, падающие электроны, проникая в образец, теряют свою энергию и поглощаются. Если образец проводит электрический ток, то электроны стекают через предметный столик; если же образец не обладает проводимостью, электроны «застревают» в нем, приводя к накоплению заряда. В примере, показанном на рис 32, число электронов, проникающих в образец, больше числа выходящих электронов, что приводит к зарядке образца. Если продолжать облучение непро-



32 Электрический ток в непроводящем образце

дящего образца электронным пучком, высокий отрицательный потенциал в зоне облучения будет нарастать. Однако при достижении определенной величины потенциала произойдет разрядка, и потенциал вернется к первоначальному значению. С другой стороны, если по каким-либо причинам число электронов, выходящих из образца, больше, чем число проникающих в образец, происходит накопление положительного заряда.

Влияние заряда на РЭМ изображение

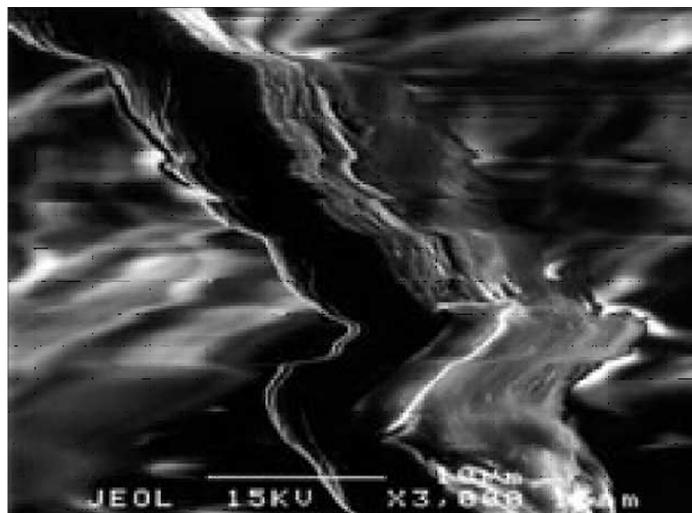
При накоплении образцом заряда на электронный зонд, сканирующий поверхность, начинают действовать силы отталкивания от потенциала поверхности, в результате происходит сдвиг электронного зонда. Это явление приводит к искажению изображения. Если в процессе сканирования происходит разрядка, электронный зонд на короткое время возвращается в первоначальное положение, при этом РЭМ изображение выглядит разломанным **рис 33**.

Если разрядка происходит, однако она незначительна и не влияет на сканирующий электронный зонд, вторичные электроны с малой энергией подвергаются влиянию локальных заряженных участков. Это влияние вызывает различия в эффективности детектирования вторичных электронов или же нарушения траектории движения вторичных электронов, попадающих в детектор. Как результат, какие-то участки изображения выглядят либо излишне яркими, либо излишне темными. Различия в эффективности детектирования вызывает так называемый вольтовый контраст. То есть, если образец заряжен отрицательно, напряжение между детектором вторичных электронов и образцом становится больше, и в детектор попадает больше вторичных электронов, приводя к засвечиванию локально заряженных участков (высокая эффективность детектирования). Если же образец заряжен положительно, эффективность детектирования падает, приводя к затемнению заряженных участков. В ряде случаев, в результате накопления заряда на локальных участках вокруг них формируется сильное электрическое поле. Когда потенциал локального поля выше, чем поля, сформированного детектором вторичных электронов, то излучаемые образцом вторичные электроны экранируются локальным полем и вследствие нарушения траектории их полета не достигают детектора. Заряженные участки в этом случае выглядят темными **рис 34**.

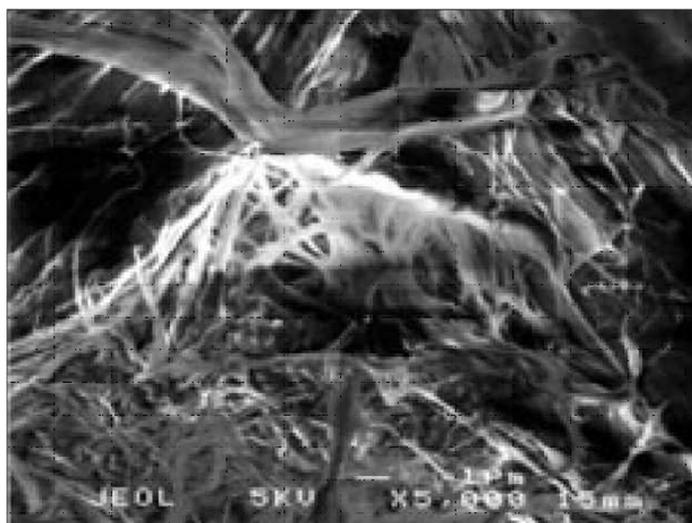
Методы предотвращения зарядки

НАПЫЛЕНИЕ

Наиболее распространенный метод предотвращения зарядки — создание на поверхности образца про-



33 Искривление изображения, вызванное зарядкой



34 Аномальный контраст, вызванный накоплением заряда

дящего покрытия. Для этого на непроводящий образец напыляют тонкую пленку хорошо проводящего металла. В методе используется процесс ионного испарения и напыления в среде вакуума. Как правило, образец покрывают тонкой пленкой благородных металлов (например, Au, Pt, Au-Pd, Pt-Pd) толщиной от нескольких до 10 нм. Причина использования благородных металлов в их стабильности, они обеспечивают высокий уровень выхода вторичных электронов. Для того чтобы правильно отобразить истинную поверхность образца, необходимо нанести как можно более тонкую пленку. Однако если поверхность имеет сложную морфологию, слишком тонкое покрытие может приводить к зарядке из-за потери непрерывности покрывающего слоя. Поэтому важно использовать установки напыления с точно настраиваемыми параметрами, чтобы контролировать процесс напыления.

ИССЛЕДОВАНИЯ ПРИ НИЗКОМ УСКОРЯЮЩЕМ НАПРЯЖЕНИИ

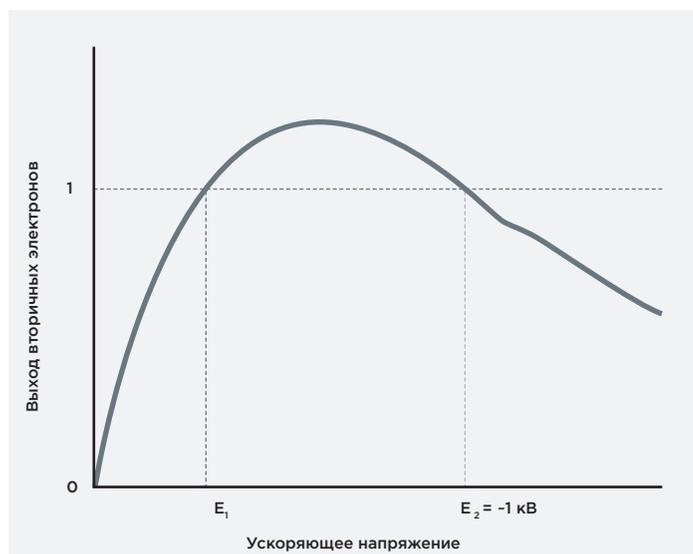
Когда образец отрицательно заряжен, число электронов, проникающих в него, больше числа выходящих. При снижении ускоряющего напряжения до значения порядка 1 кВ увеличивается выход вторичных электронов рис 35 и по мере его уменьшения число излучаемых вторичных электронов становится больше, чем число падающих. При дальнейшем снижении ускоряющего напряжения процесс инвертируется и возникает момент, когда число электронов, входящих в образец, становится равным числу выходящих из него. В этот момент образец не имеет заряда. Таким образом, подобрав соответствующее значение ускоряющего напряжения, можно получить изображение непроводящего образца без его зарядки. На изображении непроводящего образца керамики рис 36 можно видеть, что при ускоряющем напряжении 10 кВ отображается мало топографической информации и наблюдается аномальное размытие изображения. Однако при ускоряющем напряжении 1 кВ отображается значимая морфологическая информация и при этом не наблюдается размытия изображения.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОД УГЛОМ

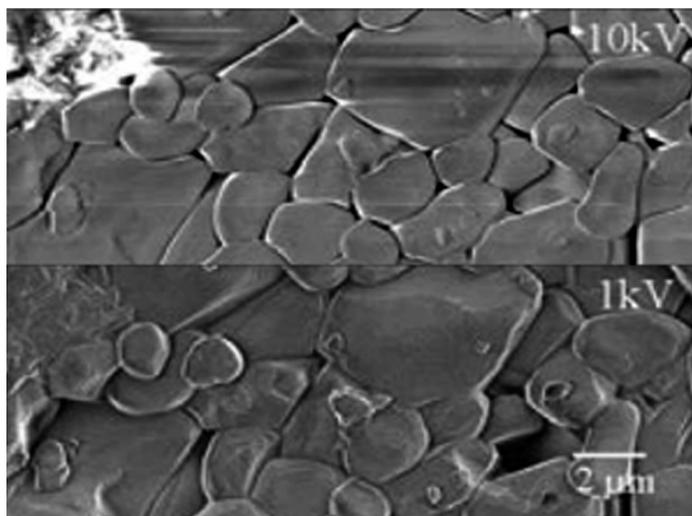
Когда электронный пучок попадает на образец под углом, количество испускаемых вторичных электронов увеличивается. Использование этого явления в некоторых случаях также позволяет исследовать непроводящие образцы без накопления ими заряда. Подобная методика наиболее эффективна для изучения образцов с малой расчлененностью поверхности.

ИССЛЕДОВАНИЯ В РЕЖИМЕ НИЗКОГО ВАКУУМА

Непроводящие образцы без предварительного напыления можно изучать с помощью микроскопов, оснащенных режимом низкого вакуума (LV SEM). При снижении вакуума в камере образцов остается значительное число молекул воздуха. Множество молекул при бомбардировке их эмитированными электронами ионизируется и приобретает положительный заряд. При столкновении положительных ионов с образцом они нейтрализуют заряд поверхности, и становится возможным изучение непроводящих образцов. Для того чтобы число сгенерированных положительно заряженных ионов было достаточным для нейтрализации заряда, устанавливают давление в камере образцов от нескольких десятков до 100 Па (величина давления может варьироваться в зависимости от образца). В низком вакууме для получения изображения используется детектор обратно-рассеянных электронов, поскольку последние обладают более высокой энергией и лучше подходят для морфологического анализа в данном режиме. рис 37 демонстрирует два изображения образца без покрытия, полученные в низковакуумном РЭМ. Аномальный контраст на левом снимке вызван эффектом зарядки в режиме высокого вакуума. Однако при переходе в режим низкого вакуу-



35 Соотношение между ускоряющим напряжением и выходом вторичных электронов

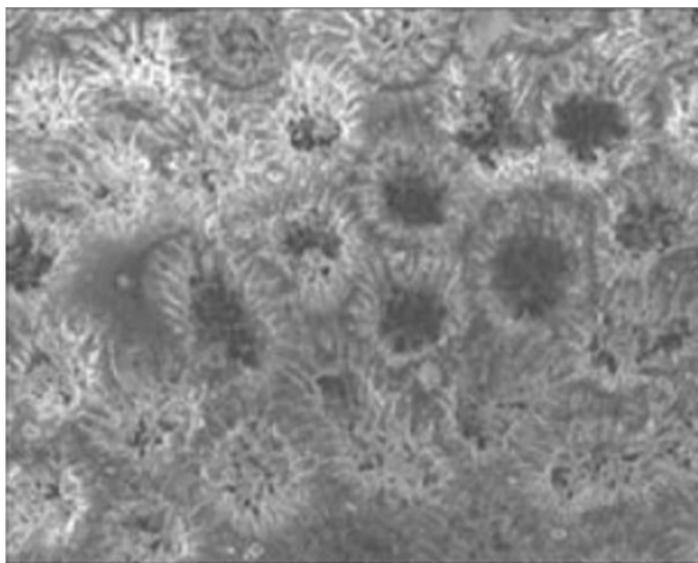


36 Изображение керамики во вторичных электронах при разных ускоряющих напряжениях (без напыления)

ма этот контраст исчезает (правый снимок). Обратите внимание, что на второй фотографии изображение получено в обратно-рассеянных электронах, поэтому здесь виден сильный теневой контраст.

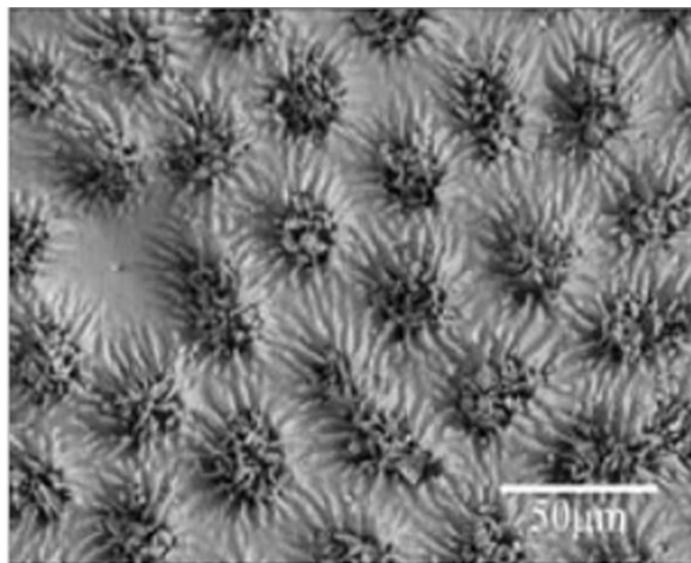
Заключение

Развитие новых методов визуализации микрообъектов наиболее интенсивно происходило в последние двадцать лет и продолжается до сих пор. Отчасти катализатором появления новых видов микроскопии стал большой интерес к нанотехнологиям, особенно обострившийся с начала 90-х годов прошлого столетия и почти совпавший по времени с широким рас-



37

Пример изображений непроводящего образца, полученных в низковакуумном РЭМ. Образец: раковина фораминиферы (без напыления)



пространением компьютерной техники. Как следствие, качественные сдвиги в развитии микроскопии прямо связаны с широким внедрением в исследовательскую практику вычислительной техники и методов математического моделирования. Построение изображения микроструктуры образца в большинстве новых методов связано с программным синтезом, основанным на визуальной интерпретации разнообразных сигналов, возникающих в результате взаимодействия с образцом электромагнитного излучения той или иной природы. В новых видах микроскопии используются источники как оптического, так и неоптического диапазонов электромагнитных волн, а также акустические (ультразвуковые) волны.

Наиболее выдающиеся результаты были достигнуты в применении для исследований рентгеновского излучения. На сегодняшний день существует много видов визуального, структурного и элементного анализа, выполняемого с применением рентгеновского излучения. Известные мировые производители предлагают приборы для выполнения задач медицинской диагностики, фундаментальных исследований и производственного контроля. Излучение в радиочастотном диапазоне нашло применение в ЯМР-спектроскопии, позволяющей получать и обрабатывать резонансные спектры поглощения радиочастотных импульсов образцом, помещенным в поле мощного сверхпроводящего магнита, и, определяя плотности химически эквивалентных ядер, «видеть», например, пространственную структуру органических тканей. Помимо традиционного применения метода в физике и химии успехи использования ядерного магнитного резонанса наиболее впечатляющи в области медицины.

Для визуализации микроструктуры используются и акустические волны. Хороший пример применения

ультразвука для задач производственного контроля — сканирующий акустический микроскоп, широко используемый для визуализации дефектов в микроэлектронике. Становятся заметными успехи применения волн СВЧ диапазона для исследования физиологии тканей и свойств поверхности. Среди относительно новых оптических методов, где активно используется математический аппарат, следует упомянуть ИК-Фурье и Рамановскую спектроскопию, а также лазерную интерференционную микроскопию.

Среди всего этого многообразия новых методов и, часто, неочевидных возможностей специалисту на производстве не всегда просто выбрать подходящий метод и аппаратуру для визуального контроля или анализа дефектов, особенно при переходе к новым видам изделий и использовании новых материалов. Лучшей рекомендацией в таких случаях будет привлечение к решению специалистов по микроскопии и разработка вместе с ними экспертного решения. ▣