НАНОДИАГНОСТИЧЕСКИЙ УЧЕБНО-НАУЧНЫЙ КЛАСС НА БАЗЕ ГИБРИДНЫХ НАНОСКОПОВ

NANODIAGNOSTIC EDUCATIONAL SCIENTIFIC COMPLEX BASED ON HYBRID NANOSCOPES

В.Гелевер, Е.Усачев, А.Манушкин / gelgan@yandex.ru

V.Gelever, E.Usachev, A.Manushkin

В МГТУ МИРЭА разработан гибридный прибор – наноскоп, предназначенный для исследований небольших наноструктурных объектов с использованием различных методов микроскопии и спектроскопии.

In MIREA is developed hybrid device – Nanoscope that is designed to research of small nanostructured objects using different methods of microscopy and spectroscopy.

Целью развития научно-образовательного процесса в nanoиндустрии решением Правительства РФ с 2008 года создается образовательная нанотехнологическая сеть с участием вузов страны. Для обеспечения комплексной подготовки специалистов необходимы учебные центры с современным, экономичным и достаточно простым, ориентированным на учебный процесс оборудованием. Оно должно быть укомплектовано в учебно-лабораторные комплексы и классы с соответствующим методическим обеспечением учебного процесса, которые отвечают следующим основным требованиям [1]:

- модульный характер лабораторной базы, позволяющий подбирать оборудование в соответствии с потребностями и возможностями обучающего учреждения для широкого охвата направлений;
- доступность оборудования для учреждений с небольшим бюджетом (средняя стоимость модуля лаборатории в несколько раз меньше, чем исследовательского оборудования того же типа).

В настоящее время предлагается несколько решений для учебно-исследовательских задач, например, классы "Наноэдюкатор" и "Наноэдюкатор II", а также малобюджетный учебно-лабораторный комплекс, разработанный в НОЦ "Нанотехнологии" СПбГЭТУ "ЛЭТИ".

РЕШЕНИЯ НА БАЗЕ ОДНОТИПНЫХ ПРИБОРОВ

Учебно-исследовательские классы "Наноэдюкатор" и "Наноэдюкатор II", позволяют совмещать обучение с научной деятельностью [2]. Хотя разработчик и производитель – компания "НТ-МДТ" – позиционирует их как комплексные мини-лаборатории,

фактически речь идет о комплекте имеющих невысокие параметры сканирующих зондовых микроскопов (СЗМ) с аксессуарами и учебными пособиями. Поэтому можно говорить о сравнительно низкой стоимости таких учебно-исследовательских классов, но не о комплексности, так как используется только один метод исследования поверхности. Тем не менее уже в 2010 году учебно-исследовательскими классами "Наноэдюкатор" было оборудовано около 50 образовательных институтов за рубежом и почти 130 научно-образовательных центров в России и СНГ.

Курс по разработке СЗМ читается в МИЭТ, а на практикуме студенты собирают микроскопы из 42 деталей и получают на них изображение атомов [3]. Кроме того, практические курсы по обучению работы на сканирующих зондовых и ион-проводящих микроскопах есть в ЦМИТ "Нанотехнологии" при МГУ [4].

КОМПЛЕКСЫ ОБОРУДОВАНИЯ

В НОЦ "Нанотехнологии" СПбГЭТУ "ЛЭТИ" разработан малобюджетный учебно-лабораторный комплекс [5], который обеспечивает широкий охват научно-образовательных направлений и объединяет учебно-научные лаборатории по нанотехнологиям (шесть единиц малогабаритного оборудования) и по нанодиагностике, включая исследования и контроль нанообъектов методами капиллярного электрофореза, эллипсометрии, растровой электронной микроскопии (РЭМ), электронного парамагнитного резонанса, атомно-силовой микроскопии с оптической и электрической нанозондовой диагностикой. Установки укомплектованы

методическим и программным обеспечением. К сожалению, по факту этот комплекс нельзя считать малобюджетным, так как в его состав входит 12 установок различных типов. При этом в лаборатории нанодиагностики слабо представлены высокоразрешающие электронные микроскопы, по-видимому, из экономических соображений, так как они имеют высокую стоимость. В состав лаборатории включен настольный РЭМ со средним разрешением, работающий в фиксированном режиме. Формально в комплексе имеется несколько методик диагностики объектов, но они не интегрированы друг с другом. Комплексность же подразумевает

возможность исследования участка объекта различными методами примерно в одно время.

Комплексами оборудования, которое используется, в том числе в учебных целях, также располагают наноцентры при вузах. Так, в МГТУ МИРЭА на базе отдела нанодиагностики материалов и изделий микроэлектроники, входящего в структуру Инженерно-научного производственного центра "Средства неразрушающего контроля" (ИНПЦ СНК), планируется обучение студентов современным средствам нанотехнологического контроля электронной компонентной базы. В отделе имеется практически полный набор основных

With the purpose of development of scientific-educational process in nanoindustry the Government of the Russian Federation since 2008 creates an educational nanotechnology network involving universities. Training centers with the modern, economical and relatively simple, focused on educational process equipment are necessary for ensuring comprehensive specialist training. The equipment should be integrated in teaching and laboratory facilities and classes with the appropriate methodological support of the educational process. Such systems must meet the following basic requirements [1]:

- modularity allows to select the equipment according to the needs and capabilities of the training institutions for a wide coverage of different areas;
- low price of equipment for institutions with small budgets (the average cost of the laboratory module is several times smaller than of the research equipment of the same type).

Currently, there are several solutions for educational and research tasks, for example, the classes NanoEducator and NanoEducator II, as well as educational laboratory complex, developed in Nanotechnologies SEC at Saint Petersburg Electrotechnical University "LETI".

SOLUTIONS BASED ON SIMILAR DEVICES

Educational research classes NanoEducator and NanoEducator II, allows to combine teaching with research activities [2]. Although the developer and manufacturer NT-MDT positions them as an integrated mini-laboratory, in fact, it is a complex of scanning probe microscopes (SPM) of entry level with accessories and manuals. Therefore, we can speak about the relatively low cost of such training and research solutions, but not about complexity, because only one research method of the surface is used. However, already in 2010, teaching and research complexes NanoEducator were installed in about 50 educational institutions abroad, and in nearly 130 scientific and educational centers in Russia and the CIS.

Training course on the development of SPM is taught in National Research University of Electronic Technology, and at workshop students assembled microscopes from 42 parts and receive on them the images of atoms [3]. In addition, practical classes of work on scanning probe and ion-conductive microscopes are available in the YICC "Nanotechnology" at the Lomonosov Moscow State University [4].

COMPLEXES OF THE EQUIPMENT

In Nanotechnologies SEC at Saint Petersburg Electrotechnical University

"LETI" is developed low-cost educational laboratory complex [5], which provides broad coverage of scientific and educational areas and combines teaching and research laboratory for nanotechnology (six pieces of small-size equipment) and nanomeasurement laboratory, including research and control of nano-objects by the methods of capillary electrophoresis, ellipsometry, scanning electron microscopy (SEM), electron paramagnetic resonance, atomic force microscopy with optical and electrical nano-probe measurements. Devices are completed with manuals and software. Unfortunately, in fact, this complex cannot be considered as low-budget, since it consists of 12 devices of various types. In addition, in the laboratory there are no high-resolution electron microscopes, apparently for economic reasons, as they have a high cost. The laboratory includes only desktop REM with average resolution, operating in a fixed mode. Formally, the complex has several diagnostic techniques include, but they are not integrated with each other. Complexity implies the possibility of the research of area of the object using various methods about the same time.

Complexes of equipment which is used, including, for educational purposes, also have nano-centres at universities. So, in MIREA

типов микроскопов с высокими параметрами, которые позволяют комплексно исследовать интегральные микросхемы. Однако, из-за большой загрузки отдела плановыми работами, на проведение лабораторных занятий может выделяться относительно небольшое время, поэтому обучение будет носить, скорее всего, ознакомительный характер с получением некоторых практических навыков.

СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: ДОСТОИНСТВА И ОГРАНИЧЕНИЯ

В принципе, понятно, почему образовательное оборудование сейчас в России ориентировано на СЗМ. У этих микроскопов довольно простой принцип работы: зонд (острие) механически перемещается вблизи поверхности объекта и регистрируется ток, протекающий через поверхность и зонд при небольшой разности потенциалов между ними, либо силы, воздействующие на зонд со стороны поверхности. При этом разрешение СЗМ определяется в основном радиусом острия зонда. Эти микроскопы используются для исследования топологии поверхностей на атомарно-молекулярном уровне и свойств материалов. СЗМ имеют малые габариты, не требуют больших эксплуатационных расходов, довольно просты по конструкции и относительно дешевы, их могут производить небольшие компании при низких капитальных затратах.

Однако, зондовую микроскопию довольно сложно комбинировать с другими методами исследования поверхности, поэтому выпускаются, в основном, специализированные приборы, хотя иногда СЗМ

работают в паре, например, с модулями оптической микроскопии или рамановской спектроскопии. Кроме того, СЗМ имеют ряд недостатков, которые значительно сужают возможности их использования. Так, максимальное поле сканирования не превышает нескольких десятков микрон, что соответствует увеличению в несколько тысяч крат, но для выбора места исследования нет возможности просмотреть объект с меньшим увеличением. Скорость сканирования при этом довольно низкая. Кроме того, изображение поверхности может иметь до 20 типов артефактов, с которыми можно разбираться довольно долго, чтобы определить насколько изображение соответствует реальности.

По некоторым оценкам, около 70% опубликованных исследований проводятся на электронных микроскопах, а на СЗМ – не более 5%. Соответственно, зондовые микроскопы пока нельзя считать главным инструментом современных нанотехнологий, и они мало подходят на роль базовых при создании учебно-исследовательских комплексов. По своей природе и возможностям зондовая микроскопия больше подойдет к технологиям будущего и производству на атомарном уровне.

РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Первоначально под нанотехнологиями (НТ) понимали атомарно-точные методы, но в настоящее время к НТ принято относить технологии, позволяющие изучать и производить объекты размером меньше 100 нм. В этой области больше возможностей для исследований и контроля дает нанометровый

at the Department of nano-diagnostic of materials and microelectronic devices, the structure unit of Engineering research and production center "Non-destructive testing", it is planned to train students to modern means of nanotechnology control of electronic component base. The department has an almost complete set of basic types of microscopes with high parameters that allows a comprehensive study of integrated circuits. However, due to the large volume of planned works to conduct laboratory studies can be allocated a relatively short time, so training will be most likely for informational purposes to obtain some practical skills.

SCANNING PROBE MICROSCOPY: ADVANTAGES AND LIMITATIONS

In principle, it is understandable why educational equipment in Russia is focused on SPM. Their principle of operation is quite simple: probe (tip) mechanically moves near the surface of the object and registers the current flowing through the surface and the probe when a small potential difference between them, or the forces acting on the probe from the surface. The resolution of the SPM is mainly determined by the tip radius of the probe. These microscopes are used to study the topology of surfaces at the atomic-molecular level and of properties of materials. SPM are small in size, do

not require large operating costs, quite simple in design and relatively cheap, therefore, small companies can produce them at low capital cost.

However, scanning probe microscopy quite difficult to combine with other methods of surface investigation, therefore, are produced mainly specialized devices, although sometimes SPM work in pairs, for example, with modules of optical microscopy or Raman spectroscopy. In addition, the SPM have several disadvantages, which greatly reduce the possibilities of their use. Thus, the maximum scanning field does not exceed a few tens of microns, which corresponds to an magnification of several

электронный пучок, и на роль главного исследовательского прибора больше подходит растровый электронный микроскоп (РЭМ).

Инструментом РЭМ является электронный пучок, параметры которого (энергия, размер, ток, скорость и размер области сканирования) могут легко меняться в широких пределах с помощью электроники. При взаимодействии высокоэнергетичного электронного пучка с объектами возникают различные процессы и вторичные излучения, эффективная регистрация которых дает разнообразную информацию об этих объектах. Электронные микроскопы более сложные и дорогие приборы, чем СЗМ. В рабочем объеме надо обеспечить высокий вакуум и подать на различные элементы – катушки магнитных линз, отклоняющие системы и стигматор, электронную пушку и т.п. – напряжения и токи различной величины (около полутора десятка разных значений), часть из которых должна регулироваться в процессе работы. В различных режимах РЭМ можно исследовать практически любые объекты – ограничения связаны только с габаритами. В микроскопах практически нечему ломаться механически, но могут, как в любом приборе с электроникой, выходить из строя электронные блоки. Основным расходным материалом является вольфрамовая нить катода, которая легко меняется. Кроме того, надо периодически чистить от нагара элементы внутри колонны, на которые попадает электронный пучок.

Универсальные РЭМ позволяют исследовать разнообразные наноструктурированные объекты.

По желанию заказчика они комплектуются различными наборами модулей – приставок, детекторов и т.д. Однако такие микроскопы стоят дорого и часто имеют высокую степень автоматизации, что неудобно для использования в образовательных целях.

В большинстве РЭМ основным элементом конструкции является камера объектов. Камера и элементы откачной системы закрепляются на раме – эта базовая часть микроскопа имеет довольно большие габариты при значительной металлоемкости и высокой стоимости. Если же универсальный прибор предназначен, в том числе, для полупроводниковой промышленности и металловедения, где исследуются пластины диаметром 100–300 мм и крупные образцы металлов, то размеры и стоимость конструкции дополнительно увеличиваются.

Из-за наличия большой камеры с отверстиями под детекторы и многокоординатного стола объектов с большим диапазоном перемещений РЭМ чувствителен к электромагнитным наводкам и вибрациям, поэтому часто его приходится размещать в специальном помещении. Существенным недостатком универсальных комплексов является также то, что очень сложно обеспечить одновременно предельные параметры во всех режимах, и часто приходится идти на компромиссы – при разработке комплекса выбирают основной режим и для него оптимизируют фокусирующую оптику, ухудшая параметры в других режимах.

thousand-fold, but for a choice of place of study there is no possibility to view the object with less magnification. In addition, the image of surface can have up to 20 types of artifacts, and it is difficult to determine whether the image corresponds to reality.

According to some estimates, about 70% of the published studies are conducted on electronic microscopes, and on SPM – not more than 5%. Thus, probe microscopes cannot be considered as the main tool of modern nanotechnology, and they are not very suitable for the role of the base when creating a training and research complexes. By their nature and capabilities, scanning probe microscopy is

more suitable to future technologies and manufacture at the atomic level.

SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

Originally under the nanotechnology (NT) understood atomically-precise methods, but now usually referred to them technologies to explore and produce objects smaller than 100 nm. In this area more opportunities for research and monitoring provides an electron beam, therefore, the role of the main research instrument is more suitable for scanning electron microscope (SEM).

The main tool of SEM is an electron beam, whose parameters (energy, size, current, speed and size of the

scan area) can easily vary within wide limits by means of electronics. At interaction of a of high-energy electron beam with objects appear various processes and secondary radiation, effective registration of which gives a variety of information about these objects. Electron microscopes are more complex and expensive devices than SPM. The device must be provided with a high vacuum, and on the various elements of the SEM – coil magnetic lens, deflecting system and stigmator, e-gun, etc. – is necessary to apply voltages and currents of different magnitude (about half a dozen different values), some of which must be regulated in the process. In

Рис.1. Электронно-зондовый модуль

Fig.1. Electron probe module

ГИБРИДНЫЙ НАНОСКОП: ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ

Надо отметить, что большинство объектов нанотехнологии имеют небольшие размеры в пределах нескольких миллиметров, а некоторые являются наночастицами. В связи с этим целесообразно при разработке приборов ориентироваться в основном на маленькие объекты с размерами в несколько миллиметров, что значительно упрощает конструкцию и удешевляет исследовательское оборудование. Для более полного удовлетворения современных потребностей в исследованиях поверхности и структуры объектов на микро- и наноуровне в ИНПЦ СНК при МГТУ МИРЭА ведется разработка гибридного наноскопа (ГН) экономкласса, предназначенного для исследований небольших наноструктурных объектов с использованием электронной, рентгеновской, ионной, зондовой и оптической микроскопии, а также различных вариантов спектроскопий.

Базовым элементом ГН является электронно-зондовый модуль (ЭЗМ), в котором формируется сфокусированный электронный пучок, характеризующийся широким диапазоном энергий электронов, токов и размеров пучка (зонда). Питание и управление от ПК обеспечивается двумя блоками (примерно 15 плат).

ЭЗМ (рис.1) – это малогабаритная, настольная конструкция, содержащая систему магнитных линз (колонна), электронную пушку, элементы откачной вакуумной системы, детекторы вторичных и обратнорассеянных электронов, а также столы для небольших объектов. Фактически в ЭЗМ нет камеры объектов в традиционном понимании.

different modes of SEM can be measured practically any objects, and constraints associated only with dimensions. In SEM, practically nothing can break down mechanically, but can, as in any device with electronics, fail electronic components. The main consumable material is a tungsten filament cathode, which can be changed easily. In addition, it is necessary to periodically clean the elements inside the column, which are affected by the electron beam.

Universal SEM allow you to explore a variety of nanostructured objects. At the request of the customer they are equipped with different sets of modules set – top boxes, detectors,

etc. However, these microscopes are expensive and often have a high degree of automation, which is inconvenient for educational purposes.

In most SEM main design element is a object camera. The camera and elements of the vacuum system are fixed on the frame – this basic part of the microscope has a fairly large size with high cost. If the SEM has been designed, including, for the semiconductor industry and metallurgy, and for measuring of wafers of 100-300 mm or of large samples of metal, the size and cost of design are additionally increased.

Due to the use of a large camera with holes for detectors and of

multi-axis table with a large range of movement, SEM is sensitive to electromagnetic interference and vibration, so often it is necessary to place it in a special room. For universal devices is also very difficult to achieve simultaneously high settings in all modes. Therefore often choose one main operating mode of a microscope and optimize for it the focusing optics, but worsen parameters in other modes.

HYBRID NANOSCOPY: BASIC PRINCIPLES

It should be noted that most of the objects nanotechnology are small within a few millimeters, while

Основной элемент ЭЗМ – установленная на ножках колонна, к которой крепятся все остальные элементы. Благодаря этому открыт доступ к последней магнитной линзе, фокусирующей пучок на объекте, что позволяет использовать сменные полюсные наконечники, геометрия которых (ширина полюсного зазора и диаметр полюсного отверстия) может быть оптимизирована под различные режимы. В выбранном варианте конструкции колонна и два детектора размещены в одной полуплоскости от объекта, а вторая полуплоскость свободна, и в ней могут размещаться различные детекторы, модули зондовой и оптической микроскопии, причем в некоторых случаях пользователь сможет устанавливать их самостоятельно, в соответствии со своими потребностями и возможностями.

Если под пучок устанавливается объект, то ЭЗМ работает как электронный микроскоп во вторичных, обратнорассеянных и прошедших электронах с возможностью получения минимального диаметра электронного пучка 1 нм.

РЕЖИМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОСКОПА

Если под пучок устанавливается мишень (тонкий слой металла на вакуумноплотной подложке), а объект и детектор размещаются на воздухе, то можно проводить исследования в рентгеновском излучении. В просвечивающем рентгеновском микроскопе (ПРМ) при фокусировке электронного пучка на поверхности мишени создается область, излучающая рентген. Размер излучающей области (фокусное

пятно) определяется диаметром электронного пучка и эффективной длиной пробега электронов в мишени, которая зависит от ускоряющего напряжения и плотности материала мишени. При соответствующем подборе этих параметров можно получать размер фокусного пятна близким к размеру электронного зонда. Возможны проекционный и растровый режимы формирования рентгеновских изображений внутренней структуры объектов. В проекционном режиме электронный пучок неподвижно сфокусирован в точке мишени, а в растровом режиме сканирует поверхность.

Для получения наноразрешений в режиме ПРМ необходимо использовать ускоряющие напряжения в диапазоне 5–15 кВ. При мягком рентгеновском излучении наноразмерные детали объектов будут иметь достаточно высокий контраст. Электронные зонды и фокусные пятна с размерами в десятки нанометров удается получить при токах менее 10^{-9} А. Однако коэффициент выхода рентгеновских квантов под воздействием электронного пучка на пять–шесть порядков ниже, чем у вторичных электронов, поэтому возникают проблемы с регистрацией малоинтенсивных рентгеновских потоков, оперативной и точной фокусировкой электронного пучка на мишени и поддержанием фокусировки пучка при больших временах регистрации рентгеновского излучения.

С целью оперативной и точной фокусировки пучка на мишени при наноразмерных фокусных пятнах было предложено использовать детектор вторичных электронов в пространстве между двумя

some are nanoparticles. In this connection it is expedient in the development of devices to focus mainly on small objects with dimensions of a few millimeters, which greatly simplifies the design and reduces the cost of equipment. To better meet modern needs in studies of surface and structure of objects at the micro- and nanoscale in MIREA is developing a hybrid nanoscope (HN) of economy class, designed for research of small nanostructured objects using electron, x-ray, ion, probe and optical microscopy, as well as of different modes of spectroscopy.

The basic element of HN is the electron probe module (EPM), which is

formed by a focused electron beam, characterized by a wide range of electron energy, currents and dimensions of the beam (probe). Power and control from a PC is provided by two blocks (about 15 cards).

EPM (fig.1) is a compact, desktop device, containing a system of magnetic lenses (column), electronic gun, the elements of vacuum system, detectors of electrons, as well as tables for small objects.

In fact, there is no objects camera in the EPM, in the traditional sense. The main element of EPM is a installed on legs column, to which are attached all other elements. This ensures access to the latest magnetic

lens, which focuses the beam on the object that allows the use of removable tips, the geometry of which (the width of the gap and the diameter of the pin holes) can be optimized for different modes. In this design column and two detector are placed in the same half-plane of the object, and the second half-plane is free, so it can accommodate various detectors, scanning probe modules and optical microscopy. In some cases the user will be able to install them yourself, in accordance with their needs and capabilities.

If the object is installed under the beam, EPM works as an electron microscope with the ability to obtain

последними линзами [6]. При работе в режиме ПРМ растровый режим электронной микроскопии используется как вспомогательный для получения изображения поверхности мишени во вторичных электронах. Вторичные электроны от мишени регистрируются встроенным в колонну детектором, что позволяет при сканировании оперативно и точно фокусировать наноразмерный пучок на мишени, контролировать состояние поверхности мишени и выбирать точки фокусировки для ПРМ. В результате можно реализовать большие времена получения рентгеновских изображений без контроля фокусировки рентгеновского излучения.

Для того чтобы обеспечить уровень рентгеновского потока, достаточный для формирования качественных изображений при наноразмерных фокусных пятнах с малыми токами, целесообразно приближать детектор к мишени. При этом для получения высоких увеличений и разрешений необходимо переходить в ближнефокусный режим, когда обеспечиваются микронные и субмикронные расстояния между объектом и фокусным пятном (d_{o-f}). В таком случае увеличение и плотность потока рентгеновского излучения на объекте и детекторе возрастают пропорционально $1/d_{o-f}^2$. Последнее позволяет скомпенсировать уменьшение мощности рентгеновского излучения при переходе на фокусные пятна в несколько десятков нанометров и получить разрешение на уровне 20–30 нм.

В большинстве современных рентгеновских микроскопов d_{o-f} составляет от сотен микрон до нескольких миллиметров. В то же время, многие

исследуемые и производимые в наноиндустрии объекты типа тонких пленок и наночастиц, могут просто укладываться на подложку (мембрану) со стороны воздуха. Тогда толщина мембраны определяет минимальное d_{o-f} , и удобна конструкция, когда электронная пушка находится внизу, а сверху размещена мембрана с мишенью. Современные технологии позволяют получать вакуумноплотные микронные и субмикронные мембраны из Be, Si, Si_3N_4 , C и других материалов.

КОМБИНИРОВАНИЕ МЕТОДОВ

Предложенный вариант ЭЗМ – электронно-рентгеновский микроскоп [7], в котором оптимально совмещены два типа высокоразрешающих приборов и возможно комплексное исследование одного участка объекта в различных видах электронов и в рентгеновском излучении. Кроме того, координатно-чувствительные детекторы могут сочетаться с детекторами рентгеноструктурного анализа, что позволит одновременно получать информацию о химическом составе объектов.

Надо отметить, что фактически впервые для широкого применения в нанодиагностике предлагается высокоразрешающая (20–30 нм) рентгеновская микроскопия. В настоящее время такие разрешения в рентгеновском излучении достигают на синхротронах с применением дорогостоящих и сложных элементов рентгеновской оптики [8]. Кроме того, есть импортные рентгеновские микроскопы на базе рентгеновских трубок с разрешением 50–100 нм, но эти приборы стоят дорого

the minimum diameter of the electron beam 1 nm.

THE MODE OF TRANSMISSION X-RAY MICROSCOPE

If the target (a thin layer of metal on a vacuum-tight substrate) is placed under the beam, and the object and the detector are placed on the air, it is possible to conduct research in x-rays. In transmission x-ray microscope (TXM), when the electron beam is focused on the target, a surface area is created that emits X-rays. The size of the emitting region (focal spot) is determined by the diameter of the electron beam and the effective path length of the electrons in the

target, which depends on the accelerating voltage and the density of the target material. With a suitable choice of these parameters it is possible to obtain a focal spot size close to the size of the electron probe. The projective and raster modes of formation of x-ray images of internal structure of objects are possible. In projection mode, the electron beam is still focused at the point of the target, and in raster mode it scans the surface.

To obtain nanometer-size in TXM-mode you should to use the accelerating voltage in the range 5-15kV. At the soft x-ray radiation nanoscale details of objects will have rather high contrast. Electronic probes and focal

spot sizes in the tens of nanometers can be obtained with currents less than 10^{-9} A. However, the yield coefficient of x-ray quanta under the influence of electron beam is on five to six orders of magnitude lower than that of secondary electrons, so there are problems with the registration of low-intensity x-ray fluxes, timely and accurate focusing of the electron beam on the target and with maintaining the focus of the beam at large times of x-ray emitting.

For efficient and accurate focusing of the electron beam on the target were asked to use a detector of secondary electrons in the space between the two last lenses [6]. When operating

(некоторые – до 1–3 млн. долл.) и имеют довольно большие габариты.

Большинство методов микроскопии в основном дают информацию о топологии и химическом составе поверхности наноструктурных объектов. Однако, многие свойства наноматериалов определяются распределением частиц и пор в объеме, поэтому приходится применять дорогостоящую и трудоемкую пробоподготовку – делать сколы, изломы, стравливать послойно объект, но и в этих случаях не всегда удается получить полную информацию о внутренней структуре объектов. Рентгеновская микроскопия позволяет исследовать внутреннюю структуру на воздухе и в жидкостях без разрушения объектов и с минимальной пробоподготовкой. В некоторых случаях возможно получение объемных или послойных изображений. В будущем следует ожидать появления рентгеновских микроскопов с разрешением на уровне 5–10 нм.

Очень эффективной может быть комбинация рентгеновской, зондовой и оптической микроскопии. Иногда оптические микроскопы применяются для контроля перемещения зонда и подвода его к заданной точке с высокой точностью. В этом случае можно в оптический объектив видеть острие и в реальном времени наблюдать за сканированием и наноманипуляциями. Если работать зондовым микроскопом с нанообъектами на тонкой пленке, то при размещении с обратной стороны пленки мишени можно будет видеть в рентгеновском излучении острие зонда и объекты.

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ И ВНЕДРЕНИЕ ГИБРИДНОГО НАНОСКОПА

Выбранный вариант конструкции ГН, в которой базовым элементом является колонна со встроенными электронными детекторами и набором столиков для небольших объектов, не только позволяет оптимально совмещать различные исследовательские подходы, но и удешевляет прибор. Для изготовления ГН достаточно сборочного производства с механическим участием среднего уровня при небольших капитальных затратах. Использование отечественных блоков питания и управления, которые хорошо отработаны и изготавливаются уже много лет также удешевляет наноскоп – даже при изготовлении в единичных экземплярах эти блоки в два-три раза дешевле импортных.

Разработка ГН ведется в инициативном порядке уже несколько лет. К настоящему времени хорошо отработан электронно-рентгеновский микроскоп [7], изготовлена небольшая опытная серия, на которой опробованы различные варианты конструкции ЭЗМ, получены хорошие предварительные результаты по разрешению. Снимки одного и того же объекта на средних увеличениях (рис.2) показывают возможность получения изображений в рентгеновском излучении и в электронных пучках на близких уровнях. При этом режимы рентгеновской съемки были далеки от оптимальных по параметрам детекторов, подложек и тест-объектов. Так, в проекционном режиме съемка производилась на рентгеновскую пленку, а в растровом – на один

in SEM mode, the raster electron microscopy mode is used as an auxiliary to obtain images of the target surface in the secondary electrons. Secondary electrons from the target are registered by built-in detector that allows quickly and accurately to focus the nanoscale beam on the target, to control the condition of the surface of the target and to choose the focus point for TXM. In the result, it is possible to realize big times of obtaining x-ray images without the control of the focusing of x-rays.

To provide the level of x-ray flux sufficient for forming high-quality images with nanoscale focal spots with small currents, it is advisable to

bring the detector to the target. Thus for receiving high magnifications and resolutions it is necessary to pass into the short focal mode when micron and submicronic distances between object and a focal spot (d_{o-f}) are provided. In this case, the increase and the density of the x-ray flux on object and detector increases proportionally to $1/d_{o-f}^2$. The latter allows to compensate reduction of power of x-ray radiation in the transition to a focal spot in a few tens of nanometers and get resolution on the level of 20–30 nm.

In most modern x-ray microscopes do-f ranges from hundreds of microns to several millimeters. At the same time, many researched and produced

nano-objects such as thin films and nanoparticles, can simply be placed on a substrate (membrane) from the air. Then the thickness of the membrane determines the minimum d_{o-f} , and optimal is design, when the electron gun is at the bottom, and at the top the membrane with the target is placed. Modern technologies allow to obtain a vacuum-tight micron and submicron membrane of Be, Si, Si_3N_4 , C, and other materials.

COMBINING OF METHODS

The proposed design of EPM is an electron x-ray microscope [7], which optimally combined two types of high-resolution devices and is possible a

Рис.2. Пленка (мишень) из рения на бериллиевой подложке (средний размер кристаллов 20–30 мкм)

Fig.2. Film (target) of rhenium on a beryllium substrate (average crystal size of 20–30 μm)

полупроводниковый детектор. Сейчас разрабатывается вариант с 20 детекторами, которые одновременно регистрируют изображения под разными углами для получения послойных изображений объектов.

Разработанный исследовательский комплекс обеспечивает интеграцию основных типов микроскопов с возможностью достижения максимальных параметров для каждого из них. Его функциональность с минимальными затратами может быть расширена в нужных направлениях, а специализация конкретного прибора легко изменяется заменой и/или добавлением отдельных модулей. ГН фактически позволяет совмещать возможности большинства импортных микроскопов разных типов при стоимости на уровне настольных

электронных микроскопов. Это импортозамещающий прибор высокого уровня, который пока не имеет аналогов.

Сочетание высоких технических возможностей с умеренной ценой дает возможность использовать его для решения научно-образовательных задач на современном этапе развития наноиндустрии. На базе гибридных наноскопов (ГН) могут создаваться нанодиагностические учебно-научные классы, лаборатории и практикумы. Оптимальным может быть комплект из трех-пяти гибридных наноскопов со смешанной комплектацией другими модулями (зондовыми, оптическими, детекторами разных типов и др.). На одном ГН можно исследовать объекты в различных видах электронов, на другом сочетать электроны

comprehensive study of one area of the object in different kinds of electrons and x-rays. In addition, the coordinate-sensitive detectors can be combined with detectors of x-ray analysis that will allow to simultaneously obtain information about the chemical composition of objects.

It should be noted that actually for the first time for wide application in nano-researches the high-resolution (20–30 nm) x-ray microscopy is offered. Currently, such resolution in the x-ray radiation reach only at synchrotrons with the use of expensive and complex elements of x-ray optics [8]. In addition, there are foreign x-ray microscopes based on x-ray tubes

with a resolution of 50–100 nm, but these devices are expensive (some up to \$1–3 million) and have fairly large dimensions.

Most of microscopy techniques give information about the topology and chemical composition of the surface of nanostructured objects. However, many of the properties of nanomaterials are determined by the distribution of particles and pores in the volume, so you should to use costly and time-consuming sample preparation (to do the splits and kinks), but in these cases it is not always possible to obtain complete information about the internal structure of objects. X-ray microscopy allows to research

the internal structure in air and in liquids without destroying objects and with minimal sample preparation. In some cases, you may receive 3D or layered images. In the future we should expect the development of x-ray microscopes with a resolution on the order of 5–10 nm.

Very effective may be the combination of x-ray, scanning probe and optical microscopy. Sometimes optical microscopes are used to control movement of the probe and supply it to the specified point with high accuracy. In this case it is possible to see an edge in an optical lens and in real time to watch scanning and nanomanipulations. If to work with a

Рис.3. Рабочая комната, где ведется сборка и настройка гибридных наноскопов

Fig.3. Workroom, where hybrid nanoscopes are assembled and adjusted

и рентгеновское излучение, на третьем – рентгеновские, зондовые и оптические методы. При необходимости сочетания всех видов микроскопов в одном комплекте можно постепенно наращивать возможности ГН, комплектуя его дополнительными модулями в процессе использования.

На практике не обязательно иметь полный комплект блоков питания и управления для каждого ЭЗМ. Поскольку откачная система сделана на базе магнитоэлектрического насоса, для которого только на время запуска нужен форвакуумный насос, то можно обходиться одним насосом на несколько

probe microscope with nano-objects on a thin film, with placement of targets on the reverse side of the film it will be possible to see the tip of the probe and the object in x-rays.

IMPROVEMENT AND IMPLEMENTATION OF HYBRID NANOSCOPE

Selected design of HN, in which the basic element is a column with integrated electronic detectors and a set of tables for small objects, not only allows to optimally combine different research approaches, but also reduces the cost of the device. For the manufacture of HN it is enough mechanical assembly production of the middle level with low capital

costs. The use of domestic power supplies and controls that are well developed and manufactured for many years also reduces the price of nanoscope – even when manufacturing in single instances these blocks are two to three times cheaper than foreign ones.

Development of HN is conducted on a voluntary basis for several years. To date, electron x-ray microscope is well developed [7], a small experimental series are made, which tested different variants of EPM design, good preliminary results in terms of resolution are received. Images of the same object at medium magnification (fig.2)

show the possibility of obtaining images in x-rays and electron beams at close levels. Thus the modes of x-ray imaging were far from optimum in parameters of detectors, substrates and test objects. In the projection mode, the imaging was carried out on x-ray film, and in raster mode – to one semiconductor detector. Now developed a modification with 20 detectors that simultaneously record images at different angles to obtain a layered images of objects.

Developed research complex provides integration of the basic types of microscopes with maximum settings for each of them. Its

Рис.4. Гибридные наноскопы с различными электронными и рентгеновскими детекторами: "Все дело в шляпах!"

Fig.4. Hybrid nanoscopes with different electron and x-ray detectors: "It's all in the hat!"

ЭЗМ. Поскольку вряд ли все ЭЗМ будут задействованы одновременно в течение всего рабочего дня, для нескольких ГН можно использовать один источник питания, меняя кабели, соединяющие ЭЗМ с блоками.

ГН (рис.3-4) уже используются для обучения студентов МГТУ МИРЭА. Так, летом на этих приборах была организована практика студентов первых курсов, а в настоящее время два студента проходят преддипломную практику с последующей подготовкой

functionality with minimal cost can be expanded in the right directions, and the specialization of a particular device can be easily modified by replacing and/or adding individual modules. HN actually allows you to combine the capabilities of most imported microscopes of various types at a cost level of desktop electron microscopes. This high-level device is optimal for import substitution and has no analogues.

The combination of high technical capabilities with reasonable price enables to use it for solving scientific and educational tasks at the present stage of development of nanotechnology. On the basis of

hybrid nanoscopes can be created nanotechnology scientific-educational laboratories and workshops. The best may be a set of three to five hybrid nanoscopes with a mixed set in other modules (probe microscope, optical detectors of different types, and others). On one HN, you can research objects in different kinds of electrons, on the other to combine electrons and x-rays, on third to combine x-ray, scanning probe and optical methods. If the combinations of all kinds of microscopes in one set is necessary, you can gradually build up the capacity of HN, complementing it with additional modules.

In practice, it is not necessary to have a complete set of power supplies and controls for each EPM. Because the vacuum system is made on the basis of magnetic discharge pump, for which only for the period of start the booster pump is necessary, it is possible to use a single pump for a few EPMs. Since it is unlikely that all EPMs were be used at the same time throughout the working day, for several HN you can use one power source and to change the cables connecting of EPM with blocks.

HN (fig.3-4) are already used for education in MIREA. So, in the summer on these devices students

дипломной работы. Первоначально они выполнят полную сборку ЭЗМ, включая намотку обмоток линз и отклоняющих систем, механическую сборку системы магнитных линз, откачной и детекторных систем, получение вакуума, подключение блоков питания, обеспечение прохождения электронного пучка через линзы, получение первых изображений объектов, проведение предварительной юстировки системы линз, оптимизацию режимов электронных детекторов и получение предельных параметров на тест-объектах. Далее каждый из них на одном из ГН проведет исследования наноструктурных объектов. В результате, они на практике ознакомятся с конструкцией прибора и освоят методы работы на нем.

На базе изготовленных ГН будет функционировать научно-образовательный класс, в значительной мере удовлетворяющий современным требованиям к учебно-научным центрам. Ценность такого класса была бы выше при включении в состав ГН зондовых и оптических микроскопов, а также рентгеноструктурных детекторов. Вакуумный вариант СЗМ для работы совместно с электронным пучком, а также атмосферный вариант для работы совместно с ПРМ принципиально уже проработаны.

При некоторой поддержке государства результаты разработки ГН можно использовать более широко, например, организовав выпуск приборов в рамках модных сейчас фаблабов – производственных лабораторий на базе вузов с привлечением студентов, которые способствуют разработке и производству востребованных на рынке инновационных продуктов и оказанию необходимых

услуг. Таким образом, можно будет не только обучать студентов, но и решать задачу по производству отечественного исследовательского оборудования для науки и производства.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лучинин В.В. Наноиндустрия и "человеческий капитал" // Наноиндустрия, № 6, 2007, с. 2–8.
2. Быков В., Васильев В., Голубок А. Нанодьюка-тор – первый шаг к созданию образовательной нанотехнологической сети // Наноиндустрия, Спецвыпуск, 2010, с. 30.
3. Афанасьев А.В., Лучинин В.В. "Малобюджетная" учебно-научная лаборатория "Нанотехнология и нанодиагностика" // Наноиндустрия, 2009, № 3, с. 40–42.
4. Яминский И. ЦМИТ "Нанотехнологии": первые шаги // Наноиндустрия, № 6, 2014, с. 62–68.
5. Логинов Б.А. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия: учебно-методическое пособие. – М.: МИФИ, 2008, с. 224.
6. Гелевер В.Д. Патент РФ № 2452052 от 27.12.12. Рентгеновский микроскоп наноразрешения.
7. Гелевер В. Разработка электронно-рентгеновского микроскопа (ЭРМ) для исследования наноструктурных объектов // Наноиндустрия, № 6, 2008, с. 32–35.
8. Пианетта П. V Национальная конференция по применению рентгеновского, синхротронного излучений, нейтронов и электронов для исследования наноматериалов и наносистем. ИК РАН, Москва, 2005, с. 13.

of the first courses did practical training, and now two students pass externship with the subsequent implementation of the diploma thesis. Initially, they will perform a complete assembly of EPM, including the winding coils of the lenses and deflection systems, mechanical assembly of magnetic lenses system, of vacuum and detector systems, obtaining the vacuum, connection of power supply units, ensuring the transmission of the electron beam through the lens, obtaining first images of objects, the preliminary alignment of the lens system, the optimization of modes of

electronic detectors and obtain the limiting parameters for the test objects. Then each of them will conduct research on nanostructured objects. As a result, they will become in practice familiar with the design of the instrument and learn the methods of work on it.

On the basis of manufactured HN will operate the scientific-educational class, largely satisfying modern requirements for training and research centres. The value of such a class would be higher with the inclusion of probe and optical microscopes as well as x-ray detectors. Vacuum prototype of EPM to work in conjunction with an

electron beam, as well as atmospheric prototype to work in conjunction with TXM are fundamentally already worked out.

With some support from the state the results of the development of HN can be used more widely, for example, for production of instruments within the fablabs – industrial laboratories in universities – to attract students, which contribute to the development and production of marketable innovative products and service. Thus, it will be possible not only to teach students, but also to solve the problem in production of domestic research equipment for science and industry. ■