

РАЗРАБОТКА ЭЛЕКТРОННО-РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОСКОПА (ЭРМ) ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРНЫХ ОБЪЕКТОВ

Для диагностики и контроля наноструктурных объектов (НСО) широко используются оптические, электронные и атомно-силовые микроскопы, которые позволяют исследовать в основном поверхность объектов. Вместе с тем свойства и характеристики НСО в большей степени зависят от внутренней структуры, чем от строения поверхности. Трехмерное изображение некоторых объектов можно получать в комбинированных электронно-ионных микроскопах фирмы FEI, анализируя серии поперечных срезов, сделанных ионным пучком. В некоторых случаях с помощью этих микроскопов внутренняя структура НСО исследуется по сколам и шлифам. В последнее время внутреннюю структуру объектов на макро- и микроуровне успешно изучают с помощью рентгеновского излучения.

Для изучения состава НСО широко используется рентгеновская спектроскопия, в то время как рентгеновская топография в нанотехнологиях применяется мало, и специалисты, занимающиеся нанотехнологиями, практически не используют просвечивающие рентгеновские микроскопы (ПРМ), хотя они просты в работе и имеют некоторые преимущества перед другими микроскопами.

Электронный пучок создает на мишени точечный источник рентгеновского излучения, которое поглощается различными участками объектов в зависимости от их плотности. Прошедшее излучение регистрируется позиционно-чувствительным рентгеновским детектором, и на экране отображается информация о внутреннем строении объекта. Так как мишени в основном размещаются на вакуумно-плотных подложках, которые пропускают рентген без больших потерь, объект может находиться на воздухе, что позволяет уменьшить предварительную подготовку НСО и исследовать объекты в жидкой фазе. При этом рентгеновское излучение практически не взаимодействует с НСО в отличие от электронного пучка или кантилевера.

В обзорных статьях [1–3], в которые приведен перечень приборов, применяемых в нанотехнологиях, ПРМ отсутствуют. Это связано в основном с тем, что ПРМ имеют невысокое разрешение и увеличение.

Для различных дефектоскопических установок ряд фирм изготавливает нанофокусные рентгеновские источники (РИ), имеющие фокусное пятно 0,5–1 мкм на вольфрамовом термокатоде при 20 кВ. Самые высокие параметры имеет инс-



Рис. 1 Разборная рентгеновская трубка с рентгеновским детектором в защитном кожухе



Рис.2 Разборная рентгеновская трубка с сцинтилляционным детектором

пекционная машина японской фирмы ТОНКЕН с фокусным пятном 0,1 мкм на автокатоде, предназначенная для контроля больших плат и различных устройств. Приборы этого класса имеют большие габариты и стоимость около 150 тыс. долл. Известны также ПРМ, в которых используется синхротронное излучение и фокусирующие рентгеновские элементы, что позволяет применять их для исследований биологических объектов с разрешением до 20 нм.

По своим параметрам вышеуказанные микроскопы не соответствуют требованиям, предъявляемым в нанотехнологии, хотя принципиальных физических ограничений для получения в рентгеновских разборных трубках наноразмерных диаметров источника рентгена (фокусных пятен) нет.

При фокусировке электронного пучка на мишени фокусное пятно больше диаметра электронного пучка на эффективную длину пробега, которая зависит от плотности материала мишени и ускоряющего напряжения. Для получения фокусных пятен на уровне десятков нанометров необходимы мишени из материалов высокой плотности и ускоряющие напряжения

3–8 кВ. Использование тонкослойных мишеней позволяет уменьшить размер фокусного пятна, но в этом случае резко падает мощность рентгеновского излучения, поскольку основная мощность электронного пучка выделяется на глубине, равной $1/3$ длины пробега электронов в мишени. Возможен также вариант применения точечных мишеней на подложках, размер которых и определяет размер фокусного пятна.

В принципе нет особых проблем с получением электронных пучков с диаметрами в десятки нанометров. Такие пучки обеспечиваются во многих растровых электронных микроскопах, но их мощность очень маленькая. По этой причине при разработке нанофокусных рентгеновских источников необходимо проектировать оптимальную систему фокусировки, чтобы обеспечить максимальную плотность мощности пучка и рентгеновского источника. В большинстве РЭМ система фокусировки с длиннофокусной объективной ($F = 5\text{--}20$ мм) линзой обеспечивает оптимальную фокусировку для работы с различными детекторными системами и с объектами различных размеров вплоть до больших полупроводниковых пластин. При использовании малоразмерных НСО их и, соответственно, маленькие мишени можно размещать в магнитном поле и применять короткофокусные магнитные линзы как в просвечивающей электронной микроскопии. Эти короткофокусные линзы с малыми коэффициентами аберраций позволяют значительно повысить плотность электронного пучка. Она может быть также повышена за счет применения источников электронов с повышенной яркостью, в которых используются катоды из гексаборита лантана и автокатоды, однако в этом случае значительно усложняется рентгеновский источник и возрастает стоимость разработки.

Размер фокусного пятна ограничивает разрешение ПРМ, а увеличение (M) ПРМ определяется отношением расстоя-



Рис.3 Разборная рентгеновская трубка с сцинтилляционным детектором и устройством для съемки в вакууме на рентгеновскую пленку

ния b – между фокусным пятном и рентгеновским детектором и a – между фокусным пятном и объектом ($M = b/a$) [4]. При удалении детекторной системы возрастает увеличение, но резко падает плотность рентгеновского излучения, приходящая на детектор. Более выгодно приближать объект к фокусному пятну, поскольку в отличие от миллиметровых микронные и нанообъекты вполне можно приближать к фокусному пятну на микронные расстояния. Тогда возрастают увеличение микроскопа и плотность потока рентгеновского излучения на единицу площади объекта. В случае прострельной мишени расстояние a лимитируется толщиной подложки, на которую нанесен тонкий (0,1–1 мкм) слой (W, Ag и т.п.). Современные технологии обеспечивают получение мембран толщиной менее 1 мкм, в том числе вакуумно-плотных. Применение таких мембран при исследовании НСО позволяет повысить плотность мощности на объекте и частично компенсировать низкую плотность мощности электронного пучка при его малых размерах.

Ситуацию облегчает то, что при понижении ускоряющего напряжения и энергии рентгеновских квантов возрастает поглощение их в наночастицах, и они будут отображаться с высоким контрастом на экране рентгеновского детектора. При некоторых энергиях может наблюдаться почти 100%-ный контраст, что позволит наблюдать наноразмерные детали даже при очень маленькой мощности фокусного пятна.

При проектировании системы фокусировки электронного пучка в ПРМ для получения фокусных пятен в десятки нанометров с учетом малых размеров НСО необходимо использовать все достижения электронной микроскопии в низковольт-

тном режиме, в частности, несколько вариантов систем фокусировки с ускорением и замедлением при низких ускоряющих напряжениях. Целесообразно в состав рентгеновского источника включить генератор разверток, обеспечивающий сканирование электронного пучка по мишени, а также детекторы вторичных электронов и сцинтилляционные рентгеновские детекторы, которые позволяют получать изображение поверхности мишени во вторичных электронах и рентгеновском излучении для оперативной и оптимальной фокусировки пучка на мишени и контроля состояния поверхности. При высоких плотностях мощности электронного пучка из-за перегрева или электронно-стимулированной десорбции может происходить разрушение слоя мишени и подложки. В таком составе рентгеновский источник может работать как РЭМ, что позволяет исследовать нанообъекты во вторичных электронах с высоким разрешением, которое может быть даже выше, чем в традиционных микроскопах, где используется длиннофокусная оптика. При необходимости в состав микроскопа может быть включен также детектор прошедших через объект электронов. Для исследования магнитных НСО в качестве последней линзы целесообразно применить не магнитную линзу, в поле которой находятся мишень и объект, а электростатическую линзу высокого возбуждения.

С учетом вышеприведенных факторов в настоящее время проводится существенная доработка экспериментального ПРМ [4] и его преобразование в электронно-рентгеновский микроскоп, который представляет собой комбинацию РЭМ и ПРМ для комплексных исследований НСО. В таком микроскопе не требуется сильная защита от рентгеновского излучения, большая камера, координатные столы на большие перемещения и, соответственно, мощные откачные системы. Как следствие, габариты конструкции могут быть минимизированы до настольного варианта, когда в небольшом каркасе магнитоотрядный насос с затворами размещены на фокусирующей системе магнитных линз. Питание и управление микроскопа обеспечивается высоковольтным источником питания (ВИП) и растровым питающим устройством (РПУ), каждый из которых размещен в кейте УБ.

Первоначально, разборная трубка была выведена из защитной камеры со столиком объектов [4] и установлена вертикально. В этом варианте объекты могут быть просто раз-

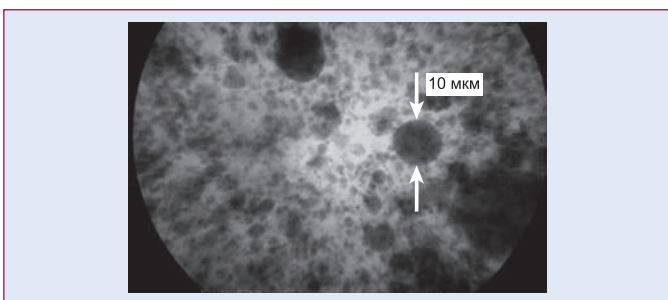


Рис.4 Частицы Zn в органической пленке толщиной 270 мкм (19 кВ)

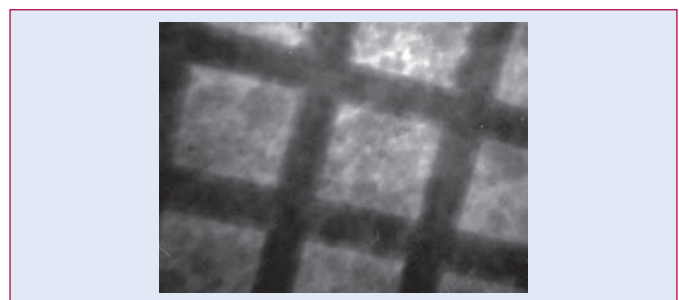


Рис.5 Частицы Al в органической пленке толщиной 270 мкм (12 кВ)

мещены на бериллиевом окне, с противоположной стороны которого нанесен слой мишени. Просмотр объектов производится или простым перемещением всей мишени, или электромагнитной подвижкой электронного пучка. Позиционно-чувствительный рентгеновский детектор в защитном кожухе (рис.1) и сцинтилляционный детектор (рис.2) устанавливаются прямо на последнюю (объективную) линзу системы фокусировки электронного пучка. Подготовлен вариант размещения в вакууме рентгеновской пленки (рис.3), когда можно будет в мягком рентгене делать несколько снимков.

Проведена также доработка системы фокусировки, которая позволяет ускорять низковольтный электронный пучок при подаче 10–15 кВ на изолированный анод и тормозить электронный пучок на изолированной мишени, подавая на нее отрицательное напряжение. Это позволяет оптимизировать фокусировку и плотность мощности в низковольтном режиме. В объективной линзе обеспечено размещение мишеней и объектов, позволяющих работать при малых фокусных расстояниях. Ведется изготовление мишеней на подложках 1–10 мкм. Закачивается изготовление деталей детектора вторичных электронов и подготавливаются блоки питания для него.

К сожалению, эта инициативная работа по доведению микроскопа до оптимального состояния идет довольно медленно, поскольку потенциальных заказчиков надо убедить в полезности таких приборов. Некоторые возможности разрабатываемого ЭРМ подтверждают снимки микронных частиц металлов в органической матрице (рис.4, 5). Надо отметить, что имеющиеся объекты представляют собой довольно толстые (~270 мкм) органические пленки почти с половинным заполнением частицами металлов, имеющими в основном размеры менее 20 мкм. На таких толстых пленках довольно трудно настраивать микроскоп и демонстрировать его возможности по разрешению. Для того чтобы "пробить" такие пленки, приходилось использовать достаточно высокие ускоряющие напряжения (15–20 кВ), теряя разрешение и контраст мелких частиц. Особенно трудно было получить изображение частицы легкого алюминия. Их удалось зарегистрировать только на рентгеновскую пленку. В настоящее время ведутся переговоры о возможности поставки из нескольких организаций наноструктурированных объектов с наночастицами известных размеров, что позволит оценить возможности ЭРМ. Сейчас нельзя дать точные значения предельных параметров, но на основании имеющихся теоретических и экспериментальных данных предполагается даже в рентгеновском микроскопе получить разрешение на уровне в несколько десятков нанометров. В значительной мере такая уверенность основана на том, что участники разработки электронной оптики и систем питания занимаются РЭМ с 1970-х годов и имеют опыт получения разрешений 7–10 нм. В свою очередь, наличие растрового режима во вторичных электронах облегчает настройку и получение разрешений РЭМ, так как с помощью вторичных



Рис.6 Автор с четвертым вариантом конструкции ЭРМ

электронов можно будет оптимально формировать электронный пучок на мишени без участия рентгеновских тест-объектов и детекторов.

Следует отметить, что конструкция ЭРМ и системы питания достаточно хорошо отработаны, поскольку используемые решения давно применяются в электронной микроскопии. Работы по рентгеновским источникам на разборных трубках ведутся пятый год, и к настоящему времени фактически подготовлен четвертый вариант конструкции (рис.6), который можно изготавливать в механической мастерской среднего уровня в количестве нескольких штук в месяц. За время разработки блоки питания и управления продемонстрировали высокие параметры и надежность. В конструкции РЭМ применяются также вакуумные насосы и клапаны. В принципе, уже сейчас можно говорить о возможности изготовления таких микроскопов по заказу в короткие сроки (~6 месяцев) и при стоимости 1,5–2 млн. руб., что существенно меньше стоимости импортного аналогичного оборудования с худшими параметрами. Даже настольные РЭМ фирм FEI, HITACHI и рентгеновские источники с фокусным пятном 1 мкм стоят более 3 млн. руб.

Автор заинтересован в различных взаимно полезных формах сотрудничества с организациями, занимающимися нанотехнологиями.

Автор выражает благодарность Н.М.Антоновой и В.И.Кулинич (Южно-российский ГТУ) за предоставленные образцы органо-неорганических композитов, на которых проведены первые рентгеновские исследования структуры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шевченко В.Я., Шудегов В.Е., Плате Н.А. Концепция развития работ по нанотехнологиям. Белая книга по нанотехнологиям. – М.: ЛКИ, 2008.
2. Лучинин В.В. Наноиндустрия и "человеческий капитал" – Нанотехнология, 2007, №6.
3. Киреев В. Нанотехнология: история возникновения и развития. – Нанотехнология, 2008, №2.
4. Гелевер В.Д. Просвечивающий рентгеновский микроскоп. – Нанотехнология, 2008, № 3.