



РКЭМ: ИЗ ЧЕРНОГОЛОВКИ В ЗЕЛЕНГРАД SEM: FROM CHERNOGOLOVKA TO ZELENOGRAD

Д.Георгиев / printcomrussia@mail.ru
D.Georgiev

С 30 мая по 3 июня в Зеленограде состоялся Международный форум "Техноюнити – РКЭМ 2016", организованный Институтом проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН) в сотрудничестве с Институтом кристаллографии им. А.В.Шубникова Российской академии наук (ИК РАН) и "Корпорацией развития Зеленограда" при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований.

From 30 May to 3 June Zelenograd hosted the international forum "Technounity – SEM-2016", organized by Institute of Microelectronics Technology and High Purity Materials of the Russian Academy of Sciences (IMT RAS), in cooperation with the Shubnikov Institute of Crystallography of the Russian Academy of Sciences (IC RAS) and Zelenograd Development Corporation with the financial support of the Russian Foundation for Basic Research.

Российская конференция по электронной микроскопии (РКЭМ), которая в течение нескольких десятилетий проводилась в Черногловке, впервые состоялась в Зеленограде. Присоединение к числу организаторов "Корпорации развития Зеленограда" способствовало расширению программы – помимо научной конференции и школы молодых ученых, программа форума включала бизнес-мероприятия: круглые столы, мастер-классы. В рамках бизнес-площадки "Россия-Израиль" в форуме приняли участие специалисты инновационных израильских компаний. Презентации новых разработок в области измерительного оборудования представили компании Tokyo VoeKi RUS, Ametek (см. врезки), "Найтек Инструментс", "Оксфорд Инструментс Оверсиз Маркетинг Лимитед", "НТ-МДТ", Technoinfo и др.

Программа конференции включала 11 секций:

- Просвечивающая электронная микроскопия (аналитическая, низковольтная, растровая);
- Электронная микроскопия в исследовании новых материалов и наноструктур;
- Методы электронной дифракции в исследовании материалов;
- Растровая электронная микроскопия;
- Сканирующая зондовая микроскопия;
- Электронная оптика и новые приборы, обработка изображений;
- Рентгеновская оптика, рентгеновская и оптическая микроскопия;
- Электронная и ионная литография;

- Применение методов микроскопии в физике, материаловедении, микро- и нанoeлектронике;
- Применение методов микроскопии в химии и геологии;
- Применение электронной, зондовой и конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине.

В первый день форума состоялась 4-я Школа молодых ученых "Современные методы электронной и зондовой микроскопии в исследованиях наноструктур и наноматериалов", в рамках которой были представлены доклады и проведены лекции.

Е.Суворова из ИК РАН рассказала об исследовании наночастиц методами аналитической электронной микроскопии и малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) с целью определения структуры частиц, установления их размеров, дисперсий по размерам и объему. Частицы серебра и селена были стабилизированы в водных растворах полимеров. Исследование показало, что численные значения модовых диаметров частиц, а также объемные распределения, определенные методами электронной микроскопии и МУРР в общем случае не совпадают. Это обусловлено принципиальным различием электронных и рентгеновских пучков и механизмов их взаимодействия с материалами. Причины возникновения систематических и случайных ошибок при определении размеров частиц, разделены на три группы:

- инструментальные;
- связанные с особенностями исследуемых образцов;

- возникшие при сборе и анализе данных.

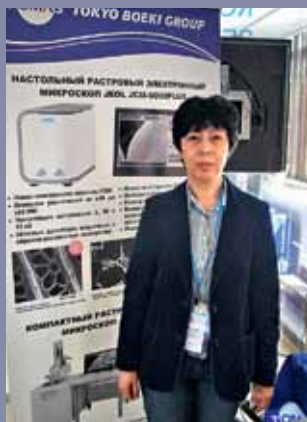
На примере двух различных типов частиц показаны методические ограничения и возможные пути их преодоления.

В.Шкловер из компании "Системы для микроскопии и анализа" рассказал о возможностях мультимасштабной объемной микроскопии. Целью проекта является разработка комплексного подхода к визуализации и характеристике объектов исследования в диапазоне масштабов от миллиметров до нанометров. Предложенная методика основана на следующих принципах:

- при размере объекта до 20 мкм используются оптическая, конфокальная и электронная микроскопия, рентгеновская микротомография, фотоэлектронная и рентгенофлуоресцентная спектроскопия, а также методики автоматического определения минерального состава;
- при размере объекта до 50 нм применяются электронно-ионная микроскопия и энергодисперсионный анализ;
- при размере объекта до 0,2 нм используются просвечивающая микроскопия, метод

характеристических потерь электронов, фотоэлектронная спектроскопия и электронная дифракция.

Различные методы связаны между собой специально разработанной материально-технической и вычислительной базой. С применением разработанного комплексного подхода выполнены работы по визуализации биологических тканей, клеточных и ультраклеточных структур, проведен комплексный анализ керна, включающий 3D-моделирование, определение минерального состава, проницаемости и пористости. В области микроэлектроники решены задачи по оценке дефектов и анализу отказов компонентов для поверхностного монтажа, интегральных схем. Разработаны подходы по редактированию 3D-топологии ИС, МЕМС, прототипированию. В области материаловедения установлены закономерности формирования низкоплотной высокопрочной керамики на основе химически диспергированного порошка оксида алюминия для создания фильтрующих элементов.



Мария Лапина, руководитель направления "Микроскопия" компании Tokyo Voeiki (RUS)

Компания Tokyo Voeiki работает на российском рынке научно-аналитического оборудования с 1959 года и представляет решения для электронной, сканирующей зондовой и оптической микроскопии от японских компаний JEOL, Unisoku и Nikon, а также другие приборы для науч-

ных исследований и высокотехнологичного производства.

Электронные микроскопы JEOL во всем мире традиционно славятся высоким качеством и исключительной надежностью. В современных моделях применяются все более совершенные детекторы и колонны, обновляется программное обеспечение. В частности, в просвечивающем электронном микроскопе JEM-ARM300F GRAND ARM (300кВ) используется новая система коррекции сферических аберраций производства JEOL. Важная тенденция – комбинирование различных методов исследования, поэтому постепенно увеличивается число портов для подключения дополнительных аналитических модулей, разрабатываются все новые приставки. Например, одной из интересных возможностей является стресс-анализ в просвечивающей электронной микроскопии,

при котором в реальном времени изучается процесс деформации образца. Не меньший интерес представляют низко- и высокотемпературные исследования.

Сканирующие зондовые микроскопы Unisoku позволяют исследовать объекты в сверхвысоком вакууме при ультранизких температурах в сильных магнитных полях. Такое уникальное сочетание параметров обеспечивает чистоту и стабильность среды, позволяя получать высококачественные изображения при атомарном разрешении. Магнитные поля индукцией до 15 Тл дают возможность проводить исследования свойств сверхпроводящих материалов.

Линейка оптических микроскопов Nikon включает как сравнительно простые модели, так и конфокальные системы сверхвысокого разрешения. Всего она насчитывает около 100 разновидностей оптических микроскопов и более 5000

приставок к ним. Следует отметить, что Nikon – единственный производитель оптической техники, реализовавший полный цикл производства, включающий добычу сырья и выплавку из него оптического стекла, механическую шлифовку и плазменную полировку линз, производство всех металлических и пластиковых деталей, выпуск печатных плат и установку на них электронных компонентов, сборку готовых приборов. Благодаря этому достигается высочайший уровень качества и надежности всех без исключения узлов, а также их полная совместимость друг с другом.

Токуо Воеки реализует очень гибкий подход к конфигурации поставляемых в Россию и СНГ систем. Наши заказчики всегда имеют возможность купить прибор в базовой комплектации, после чего постепенно дооснащать его необходимыми дополнительными модулями.



Игорь Федик, официальный представитель САМЕСА в России и странах СНГ

Мы акцентировали внимание участников конференции на двух группах решений компании САМЕСА, входящей в корпорацию АМТЕК. Первая из этих групп основана на методе масс-спектрометрии вторичных ионов. Данный метод заключается в локальном распылении и иониза-

ции атомов с поверхностных слоев исследуемого образца пучком первичных ионов цезия или кислорода с масс-спектрометрическим анализом потока вторичных ионов. Компания САМЕСА разработала прибор NanoSIMS 50L, который обеспечивает уникальное сочетание латерального разрешения до 50 нм, высокой чувствительности и превосходного разрешения по массам. Прибор позволяет одновременно регистрировать до семи различных масс в многоканальном режиме. В результате пользователь получает карту элементного и изотопного состава образца. В лабораториях по всему миру NanoSIMS 50L находит применение в самых разных областях: от материаловедения и геохимии до биологических и экологических приложений. Метод масс-спектрометрии вторичных ионов хорошо известен в России, поэтому я убежден, что

прибор NanoSIMS 50L будет пользоваться успехом в нашей стране.

Ко второй группе решений относятся атомно-зондовые томографы. Данные приборы являются уникальной разработкой компании САМЕСА, и никто в мире больше не производит аналогичного оборудования. Если говорить коротко, метод атомно-зондовой томографии позволяет реконструировать объемную карту элементного и изотопного состава образца с атомным разрешением. Из полученной трехмерной модели можно выделить любой кластер размером до нескольких нанометров и определить его элементный состав, построить профили концентрации элементов, исследовать геометрию поверхностей разделов фаз. Данный метод поистине открывает новые горизонты в исследовании современных материалов, особенно он востребован в области раз-

работок сложных сплавов и керамик, а также в полупроводниковой промышленности. Атомно-зондовый томограф нового поколения LEAP 5000, который мы представляем на данной конференции, характеризуется улучшенной (до 80%) чувствительностью детектирования, увеличенным полем обзора и более высокой скоростью работы.

Вторично-ионные масс-спектрометры и атомно-зондовые томографы востребованы в случаях, когда методы электронной и зондовой микроскопии оказываются недостаточно информативны. Они эффективно дополняют микроскопию в различных областях науки и промышленности. Также в продуктовой линейке САМЕСА есть специализированные решения для контроля качества на полупроводниковых производствах, которые устанавливаются в чистых помещениях.

Высокоразрешающая электронная микроскопия пироуглеродных материалов стала темой доклада Н.Боргардта из НИУ "МИЭТ". Пироуглеродные материалы, характеризующиеся стойкостью к высоким механическим, термическим и радиационным нагрузкам, находят применение в различных областях, например в медицине для изготовления имплантов. Одной из важных проблем является анализ атомарной структуры таких материалов. Обычно используются две модели, согласно первой из них основными структурными элементами пироуглерода являются углеродные домены или кристаллиты, состоящие из нескольких базисных плоскостей, а вторая, ленточная модель, описывает пироуглерод в виде совокупности непрерывных изгибающихся базисных углеродных плоскостей. Полученные исследователями изображения пироуглеродной фазы углеситалла позволили выявить области, указывающие на адекватность доменной модели структуры пироуглерода. Однако, анализ распределения фазы волновой функции показал, что все особенности изображения не могут быть объяснены в рамках ленточной модели.

В.Жигалина из ИК РАН представила результаты работы, посвященной структуре нано-

кристаллов бинарных соединений с полупроводниковыми свойствами в ограниченном пространстве внутреннего канала углеродных нанотрубок. Структура и свойства одномерных кристаллов на примере 1D PbTe, закапсулированных внутри одностенных углеродных нанотрубок диаметром от 1,2 до 2,0 нм, исследованы методами высокоразрешающей электронной микроскопии, компьютерного моделирования и расчета *ab initio*. Установлено, что при уменьшении внутреннего диаметра нанотрубок до 1,3 нм и менее нанокристалл PbTe не имеет возможности формировать полную ячейку и образовывать идеальный фрагмент массивной структуры с равномерно распределенными катионами и анионами. Благодаря этому ограничению в трубке происходит компенсация заряда.

Особенности нанокристаллизации аморфного сплава $Al_{90}Y_{10}$ при деформации и термообработке были рассмотрены в докладе Е.А.Першиной из Института физики твердого тела РАН. Отмечено, что среди сплавов на основе Al особое место занимают аморфные системы с добавлением 8-20% редкоземельных и переходных элементов. Благодаря превосходной коррозионной стойкости и высоким прочностным характери-

стикам при сравнительно малом удельном весе эти сплавы считаются очень перспективными. Однако уровень прочности можно дополнительно повысить, создав в них аморфно-кристаллическую композитную структуру, состоящую, главным образом, из нанокристаллов Al и окружающей их аморфной матрицы. Механические свойства таких композитных материалов зависят от характеристик как нанокристаллов, так и аморфной фазы. При получении указанной структуры методами контролируемой кристаллизации аморфной фазы при нагреве или изотермической выдержке и нанокристаллизации аморфного сплава под воздействием пластической деформации (ИПД), доля нанофазы напрямую зависит от вида, условий и длительности обработки. Исследование двойного аморфного сплава $Al_{90}Y_{10}$ после ИПД кручением под высоким давлением при различных степенях деформации и после нагрева до температур 1-й и 2-й стадий кристаллизации показало, что в результате ИПД и термообработки происходит частичная кристаллизация сплава с формированием нанокристаллов алюминия.

И. Пережогин представил исследование группы ученых из ТИСНУМ и МФТИ, посвященное спектроскопии потерь энергии электронов в материалах, полученных из фуллерена C_{60} в условиях высокого давления. C_{60} применяется для создания прочных композитных материалов при высоких температурах и в условиях высокого давления. Существенной проблемой является сложное поведение углеродной фазы в экстремальных условиях, так как фуллерены при повышенном давлении могут образовывать фазы, стабильные при нормальных условиях. Получаемые материалы обычно обладают локальными неоднородностями. Для анализа структуры образцов, полученных при обработке фуллерена, смешан-

ного с наночастицами V_4C_5 , использована просвечивающая электронная микроскопия и спектроскопия потерь энергии электронов. Структура образца не является кристаллической, хотя и характеризуется определенной ориентацией графитоподобных слоев. Анализ показал, что облучение электронным пучком ведет к постепенному нарушению порядка и разрушению молекул C_{60} , а полученные спектры соответствуют фазовому составу материала, совмещающему свойства решетки из молекул C_{60} и графита.

Исследование процессов кристаллизации композиций на основе сегнетоэлектрических пленок стало темой доклада О. Жигалиной из ИК РАН. Композиции на основе тонких сегнетоэлектрических пленок используются в устройствах нано- и микроэлектроники нового поколения. Для перехода аморфной пленки в сегнетоэлектрическую фазу ее подвергают отжигу, в большинстве случаев – традиционному изотермическому, однако для локальной кристаллизации слоев многослойных композиций может быть использован лазерный отжиг. Исследование процессов кристаллизации сегнетоэлектрических пленок, нанесенных на платинированные кремниевые подложки и подвергнутых различным видам отжига, проводили методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и энергодисперсионного анализа. ПЭМ показала, что в случае кристаллизации в процессе изотермического отжига сферические зародыши перовскита образуются по гетерогенному механизму на поверхности слоя Pt. В случае взрывной кристаллизации при лазерном отжиге образование зародышей начинается на поверхности сегнетоэлектрической пленки, причем фронт имеет форму полусферы и увеличивается при росте времени облучения. ■