

Лекція 7

СКАНУВАЛЬНИЙ ЕЛЕКТРОННИЙ МІКРОСКОП

Одне з обмежень ПЕМ таке: якщо зразок є недостатньо тонким, то електрони будуть сильно розсіюватися та поглинатися в ньому, а не проходять наскрізь. Тому виникла потреба в електронних мікроскопах, за допомогою яких можна було б досліджувати порівняно товсті (об'ємні) зразки. Тобто потрібен був електронно-променевий прилад, схожий на оптичний мікроскоп на відбивання, проте з ліпшим просторовим розділенням.

Незабаром після винаходу ПЕМ з'явився сканувальний електронний мікроскоп – СЕМ. Він меншого розміру, ніж ПЕМ (і дешевший). Нині їхня кількість перевищує кількість ПЕМ, і використовують їх у медицині, матеріалознавстві, напівпровідниковій промисловості та інших галузях.

У цьому приладі досліджуваній зразок опромінюють тонким сфокусованим пучком електронів, який розгортається у растр на поверхні. Унаслідок його взаємодії з поверхнею виникають вторинні електрони, відбиті електрони, оже-електрони та фотони різних енергій. Зароджуються вони в певних ділянках зразка (об'ємах генерування), а використовують їх для вимірювання багатьох характеристик зразка (складу, топографії поверхні, кристаліграфічної орієнтації і тощо).

Просторове розділення СЕМ у режимі топографії досягає 10 нм і менше, а під час дослідження фазового складу – 100 нм. Важливою причиною успішного застосування СЕМ є те, що зображення тривимірних об'єктів у ньому (на відміну від зображень, отриманих ПЕМ) дослідник інтерпретує інтуїтивно.

Завдяки розробці технології отримання регульованого тиску в робочій камері за останні роки суттєво розширилася галузь застосування електронних мікроскопів: стало можливим використовувати їх для дослідження вологих, забруднених та непровідних зразків, які раніше у природньому вигляді були

непридатні для дослідження, а їхня спеціальна підготовка вносила в отримані результати нехарактерні для зразка риси.

Принцип роботи

Основною функцією сканувального електронного мікроскопа є отримання зображення тривимірних об'єктів. Порівняно з оптичним мікроскопом, СЕМ має більшу глибину поля і ліпше латеральне (у площині) розділення. СЕМ схожий на ПЕМ тим, що вони обидва використовують пучок електронів, спрямований на зразок. Це означає, що такі елементи, як електронна гармата, конденсорні лінзи та вакуумна система наявні в обох приладах і схожі між собою. Однак спосіб отримання зображення та його збільшення суттєво відрізняються. Тоді як ПЕМ дає інформацію про внутрішню структуру тонких зразків, СЕМ головно використовують для вивчення поверхневої або приповерхневої структури об'ємних зразків. На рис. 5.1 показано сучасний прилад.

Мікрофотографія на рис. 5.2, отримана на сканувальному електронному мікроскопі, демонструє поверхню металевого сплаву. Для ока набагато простіше інтерпретувати такий тип зображення, ніж зображення, отримані просвічувальним електронним мікроскопом.



Рис. 5.1. Сканувальний електронний мікроскоп-мікроаналізатор РЕММА 102-02 (BAT SELMI, м. Суми).



Рис. 5.2. Мікрофотографія поверхні сплаву нікелю, що містить дендритні (деревоподібні) частинки кремнію, отримана СЕМ.

На рис. 5.3 зображена схематична діаграма основних компонентів СЕМ. Електронна гармата є, зазвичай, термоємісійного типу з вольфрамовою ниткою, хоча щораз частіше задля ліпшого розділення використовують

автоемісійні джерела. Електрони прискорюються до енергії від 1 до 30 кеВ, що значно менше, аніж характерні для ПЕМ значення (100-300 кеВ). Дві або три конденсорні лінзи фокусують отриманий пучок так, що в разі потрапляння на зразок діаметр його може становити усього лише 2-10 нм.

У старіших приладах тонкий електронний пучок переміщається по зразку за допомогою соленоїдів зі струмом, і детектор реєструє кількість низькоенергетичних вторинних електронів чи інше випромінювання, що виходить з кожної точки поверхні. Водночас, пляма електронно-променевої трубки (ЕПТ) переміщається по екрані, а яскравість цієї плями модульована підсиленням струмом з детектора (рис. 5.4).

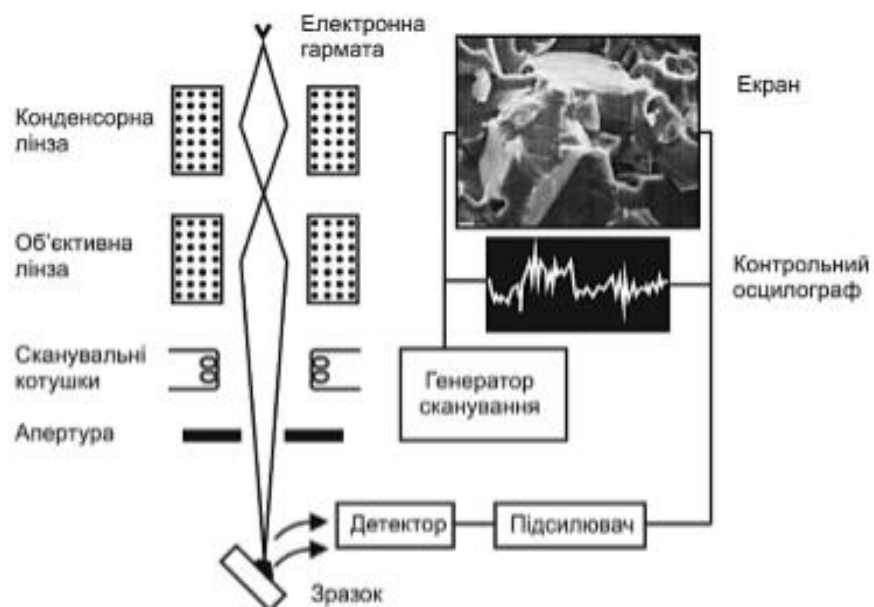


Рис. 5.3. Схематична діаграма основних компонентів сканувального електронного мікроскопа.

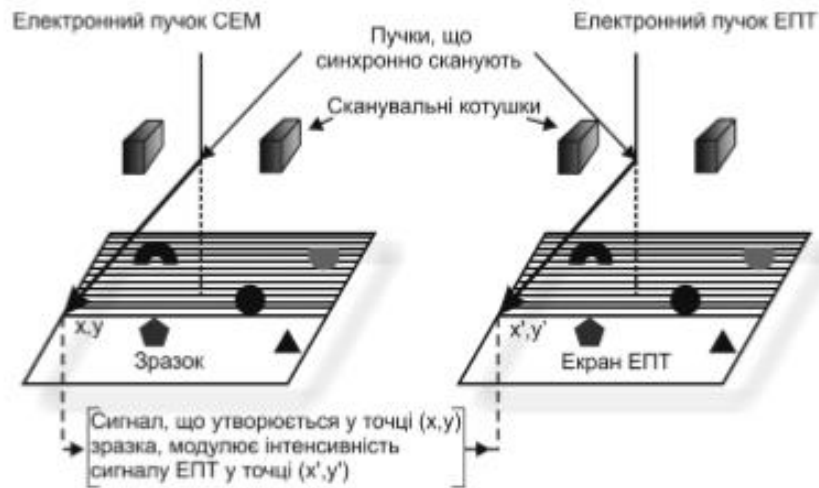


Рис. 5.4. Схематична діаграма, що ілюструє формування зображення у СЕМ.

Тобто точка на екрані монітора однозначно відповідає точці на сканованій поверхні зразка. Яскравість світіння точки на екрані модулює (задає) величина сигналу, що її реєструє детектор у конкретний момент. Так на екрані монітора виникає зображення сканованої поверхні з модульованою яскравістю (див. рис. 5.4).

Електронний промінь та пляма ЕПТ розгортаються у прямокутний набір прямих ліній, або ж растр (набір точок). У сучасних приладах такого ж ефекту досягають цифровим контролем положення пучка на зразку, і отримане зображення з'являється на моніторі комп'ютера. Для простоти ми будемо обговорювати роботу мікроскопа в термінах звичайної аналогової сканувальної системи і наголошуватимемо на відмінностях, що є у цифровому СЕМ. Тоді механізм отримання збільшеного зображення є дуже простим і не потребує лінз узагалі. Растр, сканований електронним пучком на зразку, є меншим, ніж растр, показаний на ЕПТ. У цьому випадку лінійне збільшення визначають як відношення бічної довжини екрана ЕПТ (L) до бічної довжини (l) растра на зразку (рис. 5.5, а). Точки А і В на екрані ЕПТ – це зображення точок а і б на поверхні зразка.

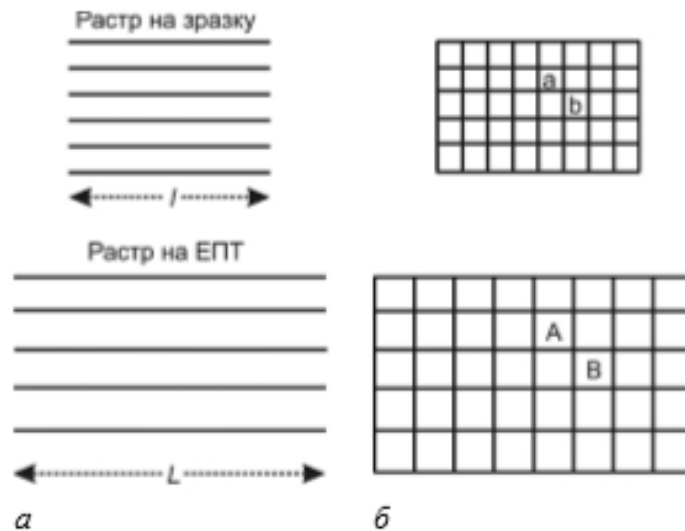


Рис. 5.5. Електронний пучок сканує растр зі стороною l на зразку, тоді як растр зі стороною L будується на ЕПТ (а). Растри можна також уявляти як масиви елементів картинки або пікселі (б).

Наприклад, якщо електронний пучок сканує растр 10×10 мкм на зразку, а на екрані ЕПТ відображається зображення з розміром 100×100 мм, то лінійне збільшення становитиме $10\,000 \times$. Альтернативно чи одночасно на окремому контрольному осцилографі мікроскоп може відображати зміни сигналу в разі переміщення пучка по растру, як показано на рис. 5.3.

Отримання сигналу в СЕМ

У розділі 2 обговорено взаємодію електронів зі зразком, де ми бачили, що в товстому зразку енергія падаючих електронів розсіюється. У цьому разі виявляються різні вторинні ефекти, а деяка частина непружно розсіяних електронів розсіюється назовні зразка. Однією з головних рис СЕМ є те, що, у принципі, будь-яке випромінювання зразка чи його зміна, яку можна зареєструвати, можна використати для формування зображення і забезпечити контраст зображення. Кожен сигнал є результатом взаємодії між падаючими електронами і зразком, а тому може дати нам інформацію про зразок. На рис. 5.6 схематично зображено сигнали, які можна використати у СЕМ.

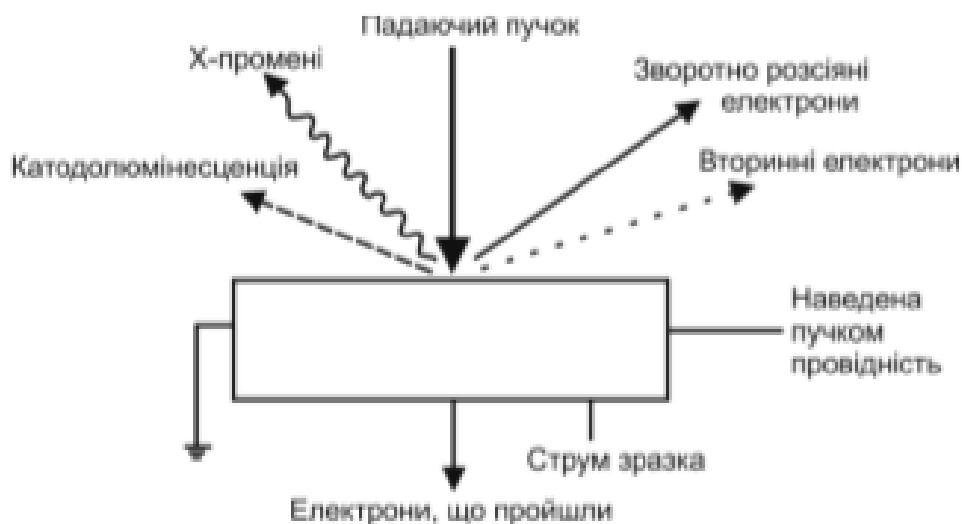


Рис. 5.6. Деякі з сигналів, які можна використовувати у СЕМ.

Усі сканувальні електронні мікроскопи мають засоби для реєстрації вторинних та зворотно розсіяних електронів. Зображення у вторинних та зворотно розсіяних електронах відображають топографічний контраст (рельєф поверхні). Однак зображення у зворотно розсіяних електронах частіше використовують для виявлення фазового складу зразка. Що стосується інших випромінювань, то X-промені застосовують, головню, для хімічного аналізу, а не для отримання зображення. Оже-електрони мають таку малу енергію і так легко зазнають поглинання, що для їхнього ефективного використання потрібна надвисоковакуумна система і спеціальні пристрої. Оже-спектроскопія і сканувальний оже-мікроскоп є важливими аналітичними методиками дослідження поверхні. Інші сигнали мають важливе, однак спеціалізоване застосування, деякі з них ми обговоримо далі.

Про траєкторію руху електрона у твердому тілі йшлося в розділі 2. Моделювання методом Монте-Карло, результати якого показані на рис. 2.7, а також прямі експерименти засвідчили, що електрони розсіюються у грушоподібній ділянці зразка, зображений на рис. 5.7. Зону проникнення електронів у зразок ми означили у розділі 2 як об'єм взаємодії, у якому внаслідок непружного розсіяння генеруються різні випромінювання (рис.

5.7). Залежно від втрат енергії первинних електронів змінюватиметься кількість і вид вторинного випромінювання.

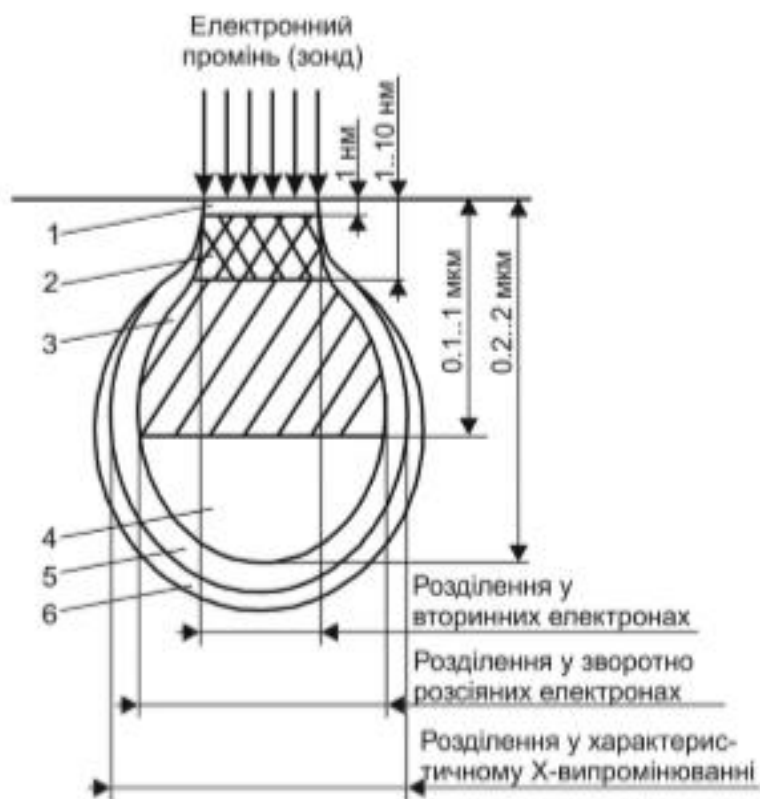


Рис. 5.7. Схема ділянки генерування і просторового розділення. Позначення ділянок генерування:
 1 – оже-електронів; 2 – вторинних електронів;
 3 – зворотно розсіяних (пружно відбитих) електронів;
 4 – характеристичного X-випромінювання; 5 – гальмівного X-випромінювання; 6 – катодолумінесценції.

Хоча кожен вид випромінювання генерується в певній ділянці, його не можна зареєструвати, доки воно не вийшло зі зразка, а процес транспортування до поверхні залежить від того, що це за випромінювання і який саме зразок досліджують. Наприклад, оскільки Xпромені практично не поглинаються, більшість з них вийде зі зразка. Отже, об'єм матеріалу, з якого виходять X-промені, чи аналізований об'єм для X-випромінювання, є того ж порядку, що й об'єм взаємодії, який може становити кілька мікрометрів у діаметрі.

Електрони не розсіюються назовні зразка, якщо вони проникли на глибину понад мікрометр, тому сигнал зворотно розсіяних електронів

надходить від набагато меншої ділянки, як показано на рис. 5.7. І первинні електрони під час руху через зразок, і зворотно розсіяні генерують вторинні електрони (рис. 5.8, а). Перших є більше, тому зареєстрований сигнал вторинних електронів створюється головню в ділянці, що є трохи більшою від діаметра падаючого пучка, як схематично показано на рис. 5.8, б,в. Вторинні електрони, утворені первинним пучком, виходять біля точки падіння й обмежуються невеликою ділянкою поблизу цієї точки, а вторинні електрони, утворені зворотно розсіяними, виходять зі значно більшої ділянки.

З рис. 2.11 бачимо, що зворотно розсіяні електрони мають певний розкид по енергії. Ті, що мають найвищу енергію, зазнали лише кількох розсіянь. Виходять вони неподалік падаючого пучка (точка А на рис. 5.8, в) і можуть давати інформацію з високим просторовим розділенням. Електрони, що зазнали багатьох розсіянь (точка В на рис. 5.8, в), втрачають більше енергії, виходять з більшої площі й тому дають інформацію з гіршим просторовим розділенням. Отже, розділення СЕМ тісно пов'язане з аналізованим об'ємом для кожного типу сигналу.

Кількість вторинних та зворотно розсіяних електронів, що виходять зі зразка на кожен падаючий первинний електрон, називають коефіцієнтом вторинних електронів η та коефіцієнтом зворотно розсіяних електронів η' , відповідно. Як показано на рис. 5.9, а, η значно залежить від атомного номера зразка, а η' – ні. Повний вихід електронів складно залежить від прискорювальної напруги і має максимум, якщо значення цієї напруги у проміжку від E_1 до E_2 (див. рис. 5.9, б). У цьому діапазоні заряд на поверхні зразка не накопичуватиметься, тобто можна досліджувати навіть непровідні зразки без спеціальної підготовки. Оскільки η майже не залежить від напруги, то рис. 5.9, б є, по суті, залежністю η від напруги. Якщо вихід електронів не дорівнює 1, і зразок не є провідним, то він заряджатиметься під час дослідження. З рис. 5.9, б бачимо, що, контролюючи прискорювальну напругу, можна отримати вихід електронів, що дорівнює 1.

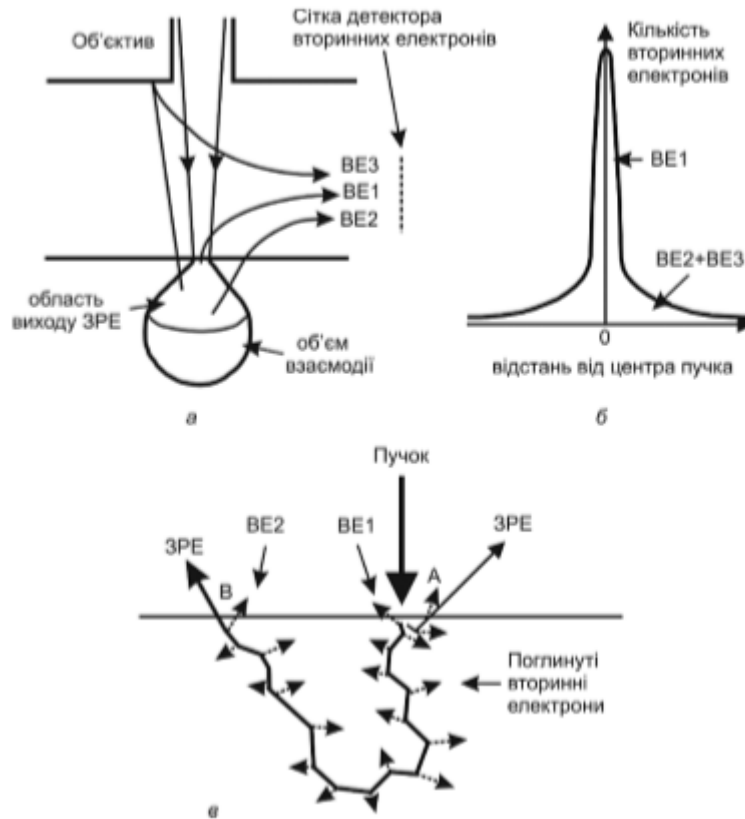


Рис. 5.8. Три механізми генерування вторинних електронів (ВЕ) (а): первинним пучком - ВЕ1, зворотно розсіяними електронами у зразку □ ВЕ2 та згенеровані зворотно розсіяними електронами, що потрапили на внутрішні складові СЕМ - ВЕ3. Залежність кількості вторинних електронів від відстані до центра електронного пучка з відображенням внесків вторинних електронів, згенерованих за трьома різними механізмами (б). Генерування вторинних та вихід зворотно розсіяних електронів (ЗРЕ) (в).

1. Реєстрація вторинних електронів. Без сумніву, найбільше у СЕМ використовують сигнал вторинних електронів. Вторинні електрони емітуються з поверхневих шарів зразка, а їхня енергія становить близько кількох електрон-вольтів. Реєструють ці електрони за допомогою сцинтиляційно-фотопомножувальної системи, відомої як детектор Еверхарта □ Торнлі. Детектор схематично зображений на рис. 5.10.

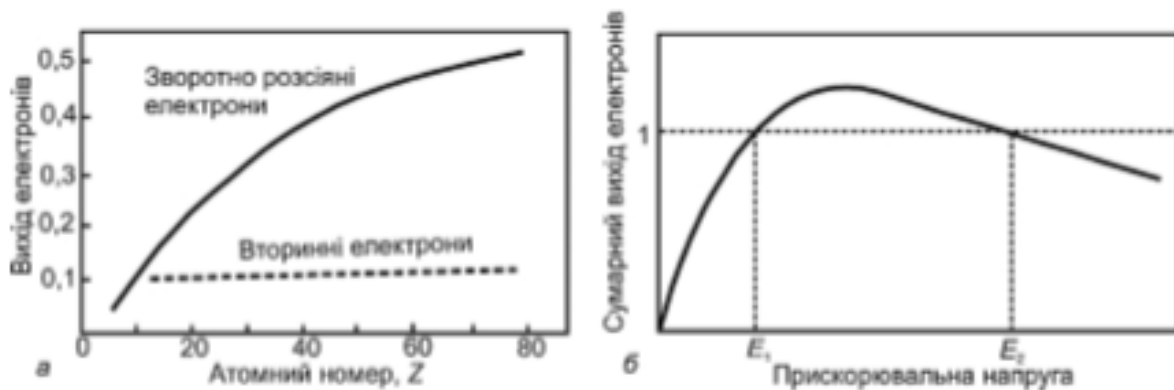


Рис. 5.9. Вплив атомного номера на вихід зворотно розсіяних та вторинних електронів (а). Вплив прискорювальної напруги на повний вихід електронів ($\eta+\delta$) (б).

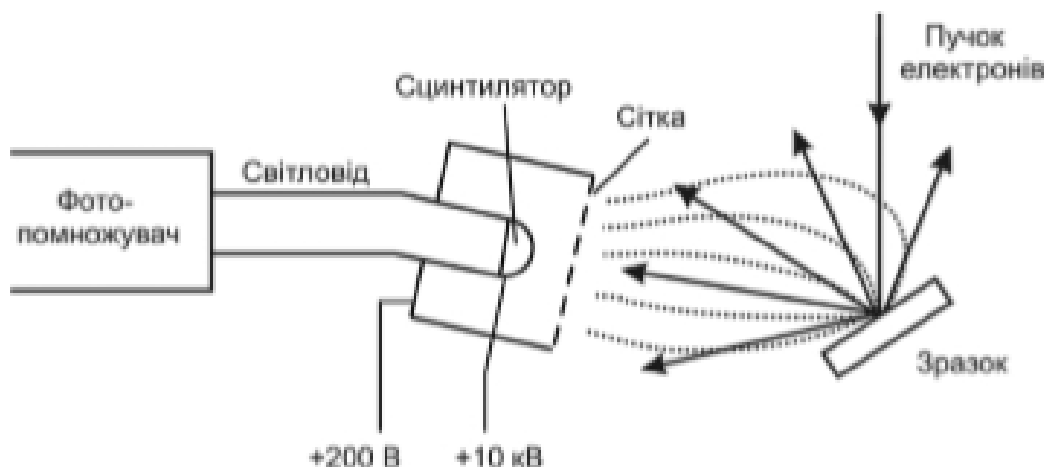


Рис. 5.10. Схематичне зображення детектора вторинних електронів Еверхарта–Торнлі з зображенням траєкторій вторинних (зображені точками) та зворотно розсіяних електронів (показані стрілками).

Вторинний електрон вдаряється у сцинтилятор, тобто люмінофор, який у цьому разі емітує світло. Світло передається по світловоду у фотопомножувач, який перетворює фотони в електричний імпульс, який можна підсилити і використати для модулювання інтенсивності ЕПТ.

Енергія вторинних електронів ($10 \square 50$ eV) замала, щоб збудити сцинтилятор, тому їх спочатку прискорюють, прикладаючи напругу зміщення близько +10 кВ до тонкої алюмінієвої плівки, що покриває сцинтилятор. Сцинтилятор оточений металевою сіткою, чи колектором, за потенціалу в кілька сотень вольтів, що слугує для двох цілей. По-перше,

коллектор запобігає впливу високої напруги на сцинтиляторі на падаючий електронний пучок. По-друге, це поліпшує ефективність збору, притягуючи вторинні електрони, так вдається реєструвати навіть ті з них, що спочатку не рухалися до детектора, як показано на рис. 5.10.

У цьому разі також реєструють зворотно розсіяні електрони (однак значно менш ефективно, оскільки вони мають значно вищі енергії і слабо відхиляються потенціалом сітки (рис. 5.10)). Тому вихідний сигнал детектора Еверхарта-Торнлі містить внесок зворотно розсіяних електронів, хоча його частка невелика через малий тілесний кут, що його охоплює сцинтилятор.

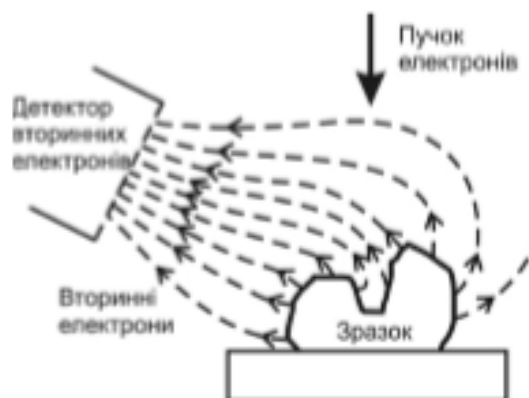


Рис. 5.11. Збір вторинних електронів від об'ємного зразка за допомогою детектора, що має сітку з позитивним зміщенням.

Детектор Еверхарта-Торнлі дуже ефективний, і для плоских зразків ним вдається зареєструвати практично всі вторинні електрони. Він реєструє навіть ті вторинні електрони, що виходять з протилежних поверхонь зразка та западин (рис. 5.11), тому на зображенні, отриманому в режимі вторинних електронів, практично нема тіней.

2. Реєстрація зворотно розсіяних електронів. Зворотно розсіяні електрони будуть зареєстровані, якщо вони рухаються у напрямі сцинтилятора детектора Еверхарта-Торнлі (див. рис. 5.10). Тому ми повинні наголосити, що сигнал, про який йшлося вище, зумовлений не лише вторинними електронами, а й містить також слабку складову, зумовлену зворотно розсіяними електронами. Якщо вимкнути напругу зміщення сцинтилятора або подати на коллектор слабку негативну напругу, то вторинні електрони не потраплятимуть на детектор, і він реєструватиме сигнал лише зворотно розсіяних електронів, однак з усіх емітованих зразком будуть зареєстровані лише ті, що рухаються в напрямі детектора, тобто геометрична

ефективність збору буде дуже низька. Цей метод реєстрації нині використовують зрідка, і більшість мікроскопів обладнана спеціалізованими детекторами зворотно розсіяних електронів, які можуть бути трьох типів.

1) *Сцинтиляційні детектори.* Це детектори типу сцинтилятор-світловід-фотопомножувач, що мають великий кут збору. Прикладом є детектор Робінсона.

Перевагою цих детекторів є висока швидкодія. Тому їх, як і детектор Еверхарта-Торнлі, можна використовувати в разі високих швидкостей сканування. Однак вони габаритні і можуть обмежити робочу відстань мікроскопа, а також їх треба забирати перед детектуванням X-променів.

2) *Наскрізні детектори.* У СЕМ з високим розділенням іноді використовують іншу систему детектування електронів. Такі прилади мають спеціальні об'єктивні лінзи з дуже сильними магнітними полями і слабкою сферичною аберацією, а зразок може бути розташований усередині сильного магнітного поля лінзи. Сцинтиляційний детектор розміщений усередині лінзи, а зворотно розсіяні та вторинні електрони йдуть до нього вгору по лінзі. Така система має дуже високу ефективність збирання і дає змогу мікроскопу працювати за дуже малих робочих відстаней. Однак у деяких приладах такі пристрої спричиняють жорсткі обмеження на розмір та переміщення зразка.

3) *Твердотільні детектори.* Коли високоенергетичний електрон падає на напівпровідник, він генерує багато електронно-діркових пар. Зазвичай, вони швидко рекомбінують. Однак якщо до напівпровідника прикласти напругу, наприклад, зміщення $p-n$ -переходу, тоді електронно-діркові пари можна розділити. Це приведе до появи струму, який можна далі підсилити. Детектор (див. рис. 5.12, б) має форму тонкої пластини, що кріпиться на полюсному наконечнику об'єктивної лінзи і тому не заважає нормальній роботі приладу. Він може складатися аж з чотирьох таких елементів (рис. 5.13), дані з яких можна реєструвати незалежно. Основним недоліком таких

детекторів є їхня порівняно мала швидкодія, тому вони непридатні для високих швидкостей сканування.

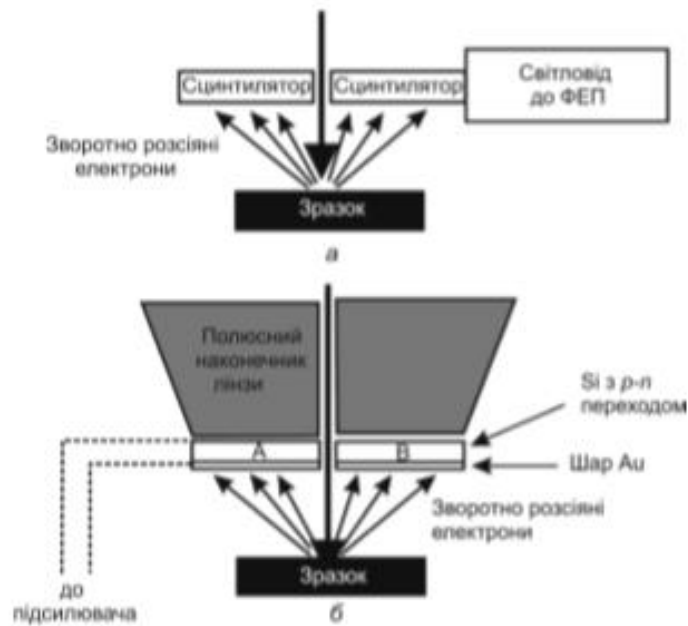


Рис. 5.12. Сцинтиляційний детектор Робінсона з великою площею (а). Твердотільний кремнієвий детектор з двома елементами – А та В (б).

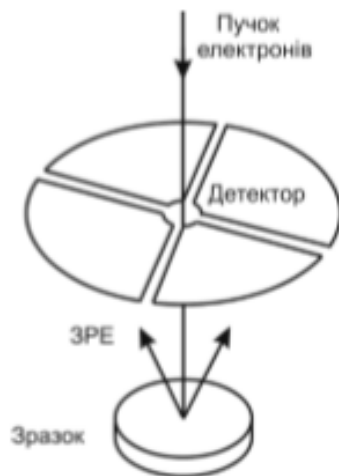


Рис. 5.13. Секторний твердотільний детектор зворотно розсіяних електронів (ЗРЕ), що дає змогу відображати і рельєф, і фазовий склад зразка.