

УДК 537.533.35:538.975:538.971

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКИ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ГОЛОГРАФИЧЕСКОГО МИКРОСКОПА

© 2020 г. Н. В. Егоров^{a, *}, Л. И. Антонова^a, А. Г. Карпов^a,
В. В. Трофимов^a, А. Г. Федоров^{a, b}

^aСанкт-Петербургский государственный университет,
Санкт-Петербург, 199034 Россия

^bСеверо-Восточный федеральный университет им. М.К. Аммосова,
Якутск, 677000 Россия

*e-mail: n.v.egorov@spbu.ru

Поступила в редакцию 19.01.2020 г.

После доработки 22.02.2020 г.

Принята к публикации 25.02.2020 г.

Представленная система теоретической и экспериментальной оценки изображений, получаемых в голографическом микроскопе, может быть непосредственно использована для диагностики промышленных изделий в ходе технологического процесса. Установлено, что контроль позиционирования “катод-объект исследования” в голографическом микроскопе можно эффективно проводить с помощью контроля тока подложки. Рассчитана разрешающая способность координатно-чувствительного детектора микроскопа, она составляет 400–0.4 нм. Показано, что необходимым непрерывный контроль условий экспериментального исследования для получения информативного изображения, так как каждый исследуемый объект является по существу уникальным. Проведены тестовые исследования тонких пленок алюминия.

Ключевые слова: электронная осевая голография, голографический микроскоп, исследование трехмерной атомной структуры, исследование тонких пленок.

DOI: 10.31857/S1028096020100040

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для решения задач диагностики и исследования структуры поверхности разработано и разрабатывается большое количество микроскопов, которые отличаются по функциональности и типу решаемых задач.

Перспективным способом исследования поверхности наноструктур в 3-D режиме является электронная голография. В 1948 г. Дэнис Габор [1] предложил двухступенчатый процесс получения изображений, который он назвал восстановлением волнового фронта. Габор установил, что в том случае, когда в пространстве одновременно присутствуют соответствующие когерентная опорная волна и волна рассеянная на объекте, то, несмотря на то, что средства регистрации чувствительны только к интенсивности, может быть записана информация, как об амплитуде, так и о фазе рассеянных волн. Он показал, что с помощью полученной таким образом интерференционной картины (которую он назвал голографическим изображением) можно, в конечном счете, воссоздать изображение исследуемого объекта с увеличени-

ем порядка 10^5 , достигаемого только за счет геометрических параметров микроскопа (рис. 1). Увеличение определяется отношением расстояния от исследуемого объекта до экрана к расстоянию между источником электронов и объектом исследования. Первое расстояние задано конструкцией микроскопа, а расстояние между катодом (источником электронов) и объектом исследования варьируется для достижения нужного увеличения, составляя несколько десятков нанометров [2].

Цель данной работы состоит в реализации оригинальной методики оценки параметров экспериментальной установки голографического электронного микроскопа.

В первую очередь необходимо оценить напряженность электрического поля на катоде, для того чтобы определить вид эмиссии электронов, так как только полевая эмиссия дает когерентный монохроматический пучок электронов, что необходимо для получения голографического изображения.

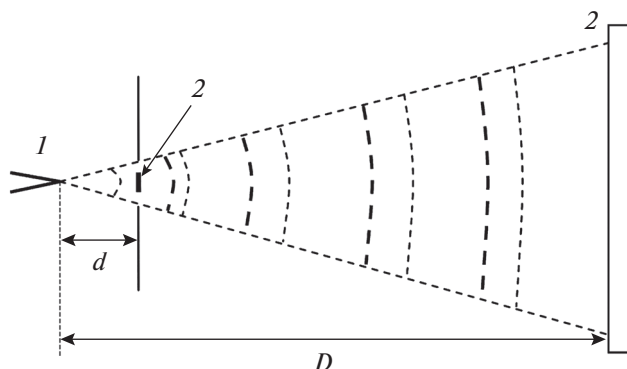


Рис. 1. Принципиальная схема электронного голографа. 1 – источник электронов, 2 – исследуемый объект, 3 – экран.

Экспериментально указанная оценка может быть выполнена путем контроля расстояния и напряжения между источником электронов и объектом исследования, в качестве которого в нашем случае использовалась тонкая пленка алюминия.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСКОПА

В электронно-голографических микроскопах источником электронов служит вольфрамовый острый катод с радиусом кривизны вершины ≤ 1 мкм.

Напряженность электрического поля на поверхности катода может быть определена аналитически по известным формулам [3], которые были получены для различных конфигураций вершин острий. Электронно-оптические исследования использованных нами в качестве источников электронов острий позволили в реализации метода “проб и ошибок” [4] выбрать следующую эмпирическую формулу [5]:

$$E = \frac{kU}{r \ln(R/r)}, \quad (1)$$

где, R – расстояние от катода до подложки объекта исследования (сетки), r – радиус острия катода, U – прикладываемое напряжение, коэффициент k подбирается эмпирически. В нашем случае анод (подложка объекта исследования) – плоский, и k принят равным 2. Радиус острия катода равен 2.5×10^{-5} см. На рис. 2 представлена масштабированная фотография используемого острия катода.

Напряжение между катодом и сеткой-подложкой варьировалось в пределах 150–200 В. Расчет проведен для трех расстояний между катодом и сеткой:

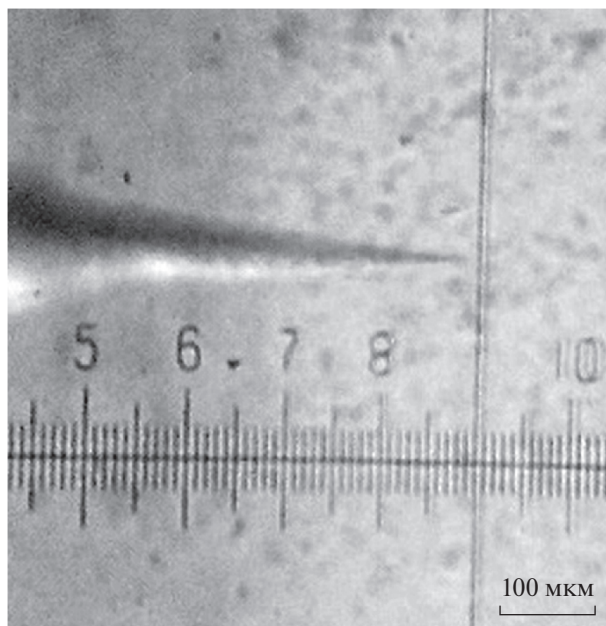


Рис. 2. Изображение катода из вольфрама с помощью оптического микроскопа МБС-9 (масштаб – 1 деление = 12 мкм).

$$R_1 = 0.01 \text{ см}, \quad R_2 = 0.001 \text{ см}, \quad R_3 = 2 \times 10^{-6} \text{ см}.$$

Рассчитанные напряженности полей соответственно равны:

$$E_1 = 1 \times 10^6 \text{ В/см}, \quad E_2 = 1 \times 10^7 \text{ В/см}, \\ E_3 = 1 \times 10^8 \text{ В/см},$$

что соответствует реальным значениям напряженности электрических полей, необходимых для процесса автоэмиссии из металлического (W) острейного катода [3]. Это особенно важно для данного микроскопа, так как только автоэмиссия в отличие от других видов эмиссии позволяет генерировать монохроматический пучок электронов, который и обеспечивает когерентные лучи, без чего было бы невозможно получение интерференционной картины на экране голографа, которая и несет информацию о состоянии структуры исследуемой поверхности.

Зависимость тока автоэмиссии катода от напряженности электрического поля, построенная в координатах Фаулера–Нордгейма $\left(\lg \frac{j}{E^2} = f\left(\frac{1}{E}\right) \right)$, должна быть (по классической теории Фаулера–Нордгейма для металлов) прямолинейной. Однако в наших экспериментах электрический ток, регистрируемый на подложке-сетке, не полностью включает все эмитируемые электроны, поскольку имеет место значительное “проскакивание” их сквозь сетку. Одновременная регистрация тока подложки-сетки и тока прошедших

сквозь нее электронов и попадающих на вход микроканальной пластины координатно-чувствительного детектора показывает, что доля прошедших электронов велика.

Это явление влияет на кривую зависимости тока эмиссии катода от величины E при регистрации его на подложке объекта исследования [6]. Имеет место резкое уменьшение тока при расстоянии от катода до сетки в несколько микрон, что связано с увеличением доли проходящих сквозь сетку электронов. Для получения оптимального соотношения рассеянных объектом и прошедших без рассеяния электронов необходимо не только прецизионно приближать катод к объекту, но и обеспечить прецизионное позиционирование катода вдоль плоскости объекта. Для этого нами было предложено использование пьезоподвижек для контролируемого приближения острия-катода к объекту.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ОЦЕНКА ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МИКРОСКОПА

В голографическом микроскопе можно получать не только голографические изображения (интерференционные картины), но и дифракционные картины при толщине исследуемого материала, превышающей девять атомных слоев. На рис. 3 представлена экспериментальная установка для получения дифракционных картин.

При подаче напряжения на источник электронов 20–100 В возникает автоэлектронная эмиссия при соответствующих расстояниях острие-объект исследования. Часть волны проходит без рассеяния, а часть взаимодействует с объектом исследования, при их наложении на экране, на расстоянии D , наблюдается дифракционная картина объекта исследования. Для усиления сигнала используется координатно-чувствительный детектор (КЧД), состоящий из микроканальной пластины (МКП) и люминесцентного экрана, характеристики которых подробно изложены в работе [4]. Детектор расположен на расстоянии 14 см от объекта исследования, а регистрирующее устройство – на 12 см от экрана.

Для атомарного разрешения на КЧД структуры исследуемого образца необходимо достичь длин волн сравнимых с межатомным расстоянием. Учитывая низкую энергию электронов в электронно-голографическом микроскопе, в нашем случае для вычисления длины волны электрона можно применить формулу [7]:

$$\lambda = \frac{12.25}{\sqrt{U}}, \text{ \AA}, \quad (2)$$

где U – разность потенциалов электрического поля, приложенная между острым катодом и объектом исследования в вольтах. В настоящей

работе получены результаты, для напряжений 20–100 В, или же длины волн 2.74–1.23 Å. Объектом исследования является тонкая пленка алюминия (Al), у которого постоянная решетки 4.06 Å. Вследствие чего, можно говорить о достижимости атомарного структурного разрешения для случая тонкой пленки Al по дифракционной картине в детекторе.

Диаметр канала МКП составляет 15 мкм, а “размер пикселя” регистрирующего устройства равен 4.1 мкм. Пространственное разрешение детектора, в основном, ограничено траекторией электронов между МКП и детектором. Результаты ее измерения были изложены в работе [4]. Если судить по частоте Найквиста, с учетом параметров КЧД, которые рассмотрены в работе [8], то дифракция частиц возможна при размерах частицы не меньше 1.6×10^{-6} нм при соответствующей длине волны $\lambda = 1.23 \text{ \AA}$.

Диаметр микроканальной пластины, используемой в нашей установке, составляет 56 мм. Таким образом, можно наблюдать область объекта исследования размерами от 400 до 0.4 нм, при расстоянии от источника электронов до объекта исследования от 1 до 0.1 мкм. При таких расстояниях между источником электронов и объектом исследования можно получить электронный пучок с энергией электронов 30 эВ. Для оценки малых значений указанного расстояния использовался контроль эмиссионного тока.

Предварительные эксперименты были проведены с образцами тонких пленок алюминия (Al). Благодаря хорошо известной структуре они представляют собой подходящие тестовые объекты. Кроме того, визуализация образцов с помощью просвечивающей электронной микроскопии позволяет определять структуру пленок в контрольных экспериментах (рис. 4).

Для минимизации побочных факторов, влияющих на конечное изображение, таких как фоновое свечение от сплошной подложки, Al напылен ровным слоем на сетку с шагом $\Delta h = 23$ мкм (рис. 4). Таким образом, шаг сетки является достаточным для напыления тонких пленок Al и не влияет на общую дифракционную картину при радиусе острия катода, составляет 2.5×10^{-5} см (рис. 5).

В результате эксперимента были получены следующие изображения от тонкой пленки Al, представленные на рис. 5. Рабочие режимы, при которых были получены изображения, представлена в табл. 1. Верхняя часть затемнения на рис. 5 представляет собой дефект детектора и никакой информации не несет. По рис. 5 можно судить о том, что тонкая пленка Al не обладает высокой чистотой материала, что отражается в виде равномерного распределения по поверхности мелких частиц. Рис. 5в показывает то, что наблюдается дифракция от исследуемой пленки, но из-за огра-

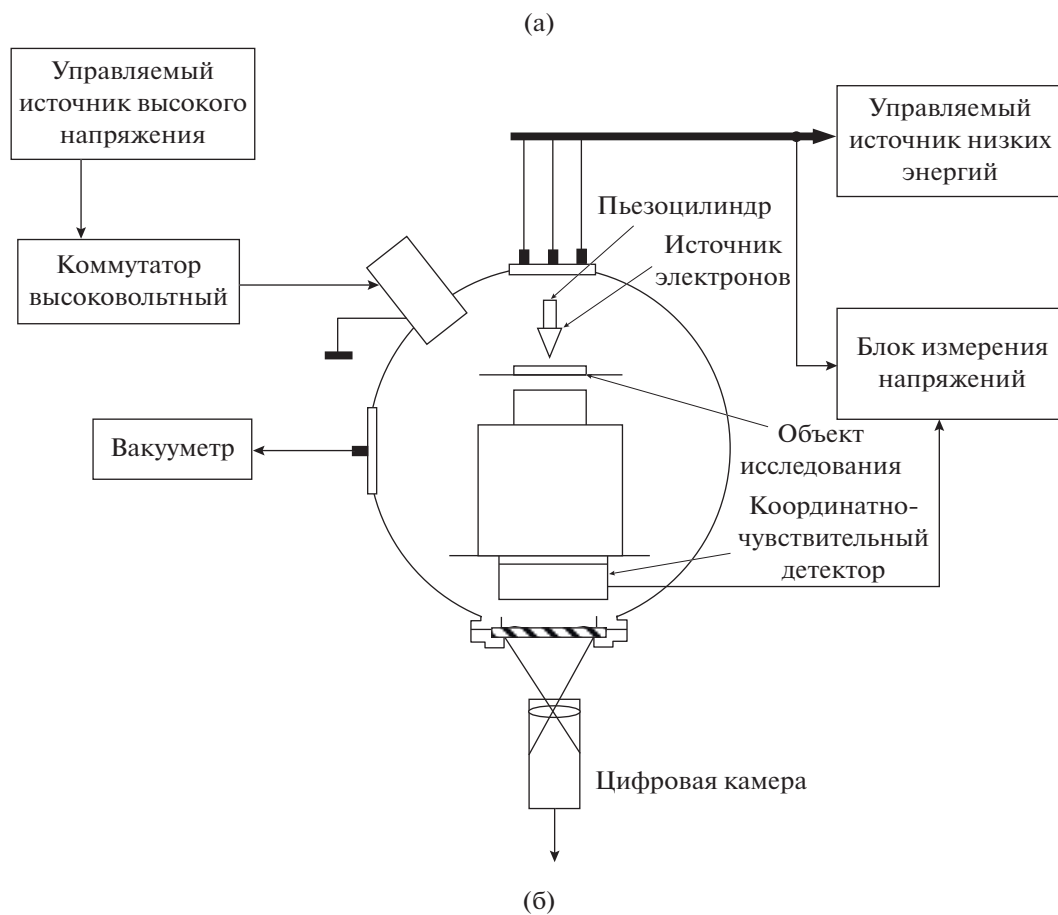


Рис. 3. Экспериментальная установка для получения дифракционных картин. (а) – структура экспериментальной установки, (б) – общий вид экспериментальной установки.

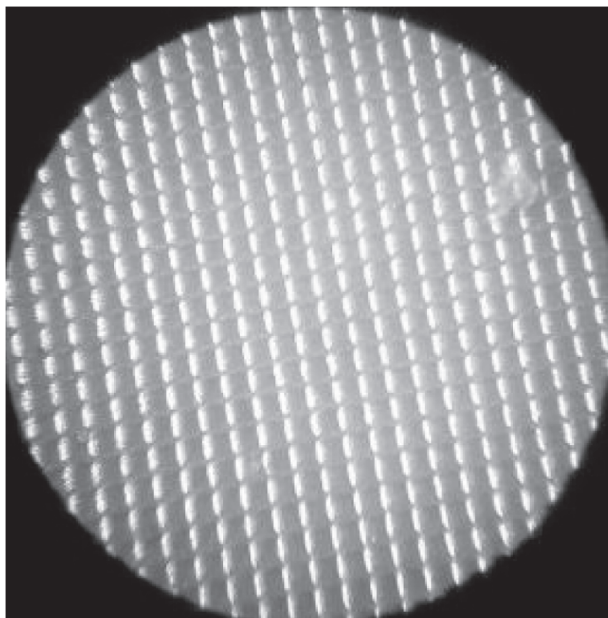


Рис. 4. Изображение сетки с напыленным Al, полученное в оптическом микроскопе МБУ-4.

ниченного пространственного разрешения, времени задержки при регистрации и разрешения детектора, спектры на дифракционной картине еще не могут быть полностью убраны, что исключает последующее применение алгоритма восстановления.

Однако представленная экспериментальная схема, методы подготовки образцов и успешная

регистрация изображений (электроннограмм) с помощью электронов низких энергий представляют собой важный шаг на пути к новому инструменту для визуализации отдельных структур молекул.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Резюмируя сказанное, перечислим основные результаты проведенного исследования:

1. Установлено, что контроль позиционирования катод-объект исследования можно эффективно проводить с помощью контроля тока подложки.

2. Проведенные расчеты позволяют утверждать, что при малых расстояниях между катодом и исследуемым объектом и малых напряжениях ток эмиссии является автоэмиссионным, как и для случая высоких напряжений.

3. Рассчитана разрешающая способность координатно-чувствительного детектора: $400-0.4$ нм области объекта исследования.

4. В результате тестовых исследований получены изображения тонких пленок Al:

– изображение на рис. 5б показывает эффективность системы для получения информативных дифракционных картин, причем очевидна необходимость моделирования дифракционных картин для учета инструментальных особенностей исследовательской установки;

– восстановление трехмерной структуры исследуемого объекта по дифракционным изобра-

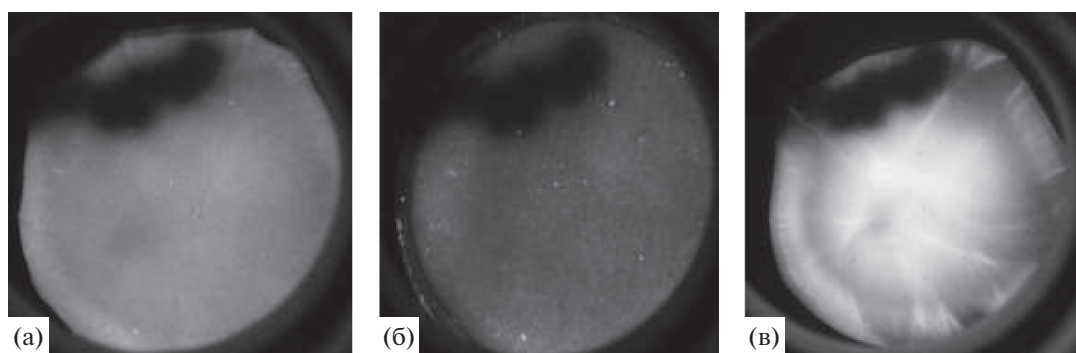


Рис. 5. Электроннограммы тонкой пленки Al получены при напряжениях: 80 (а), 60 (б) и 20 В (в).

Таблица 1. Параметры системы

Наименование	Напряжение, В	Ток, мкА	Примечание
Вход МКП	0	–	
Выход МКП	1100	1.4	–
Экран	3400	2	–
Катод	20–320	0.1–5	Предварительное обезгаживание и прогрев катода не проводились

жениям требует разработки средств моделирования дифракционных картин;

– изображение на рис. 5в показывает, что необходим непрерывный контроль условий экспериментального исследования для получения информативного изображения, так как каждый исследуемый объект является по существу уникальным;

– представленная система теоретической и экспериментальной оценки изображений, получаемых в голографическом микроскопе, может быть непосредственно использована для диагностики промышленных изделий в ходе технологического процесса.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Gabor D.* // Nature. 1948. V. 161(4098). P. 777.
2. *Егоров Н.В., Карпов А.Г., Антонова Л.И. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2011. № 10. С. 83.
3. *Егоров Н.В., Шешин Е.П.* / Автоэлектронная эмиссия. Принципы и приборы. Долгопрудный: Изд-во Дом “Интеллект”, 2011. С. 34.
4. *Егоров Н.В., Трофимов В.В., Антонов С.Р. и др.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2014. № 8. С. 14.
5. *Добрецов Л.М., Гомоюнова М.В.* Эмиссионная электроника. М.: Наука, Главная редакция физико-математической литературы, 1966. 564 с.
6. *Егоров Н.В., Гилева А.Ю., Антонова Л.И., Трофимов В.В., Карпов А.Г.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2017. № 4. С. 71.
7. *Egorov N.V., Sheshin E.P.* // *Field Emission Electronics.* Springer Series in Advanced Microelectronics, Switzerland, 2017. P. 568.
8. *Spence J.C.H., Weierstall U., Howells M.* // *Ultramicroscopy.* 2004. V. 101. 149.

Theoretical and Experimental Evaluation of the Electrical Parameters of a Holographic Microscope

N. V. Egorov^{1,*}, L. I. Antonova¹, A. G. Karpov¹, V. V. Trofimov¹, A. G. Fedorov^{1,2}

¹*Saint-Petersburg State University, Saint Petersburg, 199034 Russia*

²*North-Eastern Federal University, Yakutsk, 677016 Russia*

**e-mail: n.v.egorov@spbu.ru*

The presented system of theoretical and experimental evaluation of images obtained in a holographic microscope can be directly used to diagnose industrial products during the technological process. It was found that the control of the “cathode-object of research” positioning in a holographic microscope can be effectively carried out by monitoring the substrate current. The resolution of the microscope coordinate-sensitive detector was calculated, it was 400–0.4 nm. It was shown that continuous monitoring of experimental research conditions is necessary to obtain an informative image, since each object under study is essentially unique. Test studies of thin aluminum films were performed.

Keywords: electron in-line holography, holographic microscope, the researching of three-dimensional atomic structure, the researching of thin films.