

УДК 53.07-09:542.8:681.7

ФОТОЭЛЕКТРОННЫЙ КАНАЛ “НАНОФЭС” КУРЧАТОВСКОГО ИСТОЧНИКА СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

© 2021 г. А. М. Лебедев^{а, *}, К. А. Меньшиков^а, В. Г. Назин^а, В. Г. Станкевич^а,
М. Б. Цетлин^а, Р. Г. Чумаков^а

^аНациональный исследовательский центр “Курчатовский институт”,
Москва, 123182 Россия

*e-mail: lebedev.alex.m@gmail.com

Поступила в редакцию 14.01.2021 г.

После доработки 22.03.2021 г.

Принята к публикации 25.03.2021 г.

Представлен фотоэлектронный канал “НаноФЭС”, установленный на Курчатовском источнике синхротронного излучения. Канал использует излучение из поворотного магнита накопительного кольца “Сибирь-2” и имеет в своем составе монохроматор скользящего падения с плоскими решетками для энергетического диапазона 25–1500 эВ, а также экспериментальную станцию, предназначенную для исследований с использованием методик фотоэлектронной спектроскопии и спектроскопии рентгеновского поглощения. Возможности экспериментальной станции расширены присоединенными модулями электронной спектроскопии для химического анализа и зондовой микроскопии.

Ключевые слова: синхротронное излучение, канал вывода излучения, монохроматор, фотоэлектронная спектроскопия, спектроскопия рентгеновского поглощения, зондовая микроскопия.

DOI: 10.31857/S1028096021100125

ВВЕДЕНИЕ

Самым эффективным и универсальным методом исследования электронной структуры твердых тел и их поверхности является фотоэлектронная спектроскопия (ФЭС) [1, 2], интенсивно развивающаяся в последнее время благодаря применению источников синхротронного излучения (СИ). Применение ФЭС помогает успешно решать фундаментальные задачи физики твердого тела, физики поверхности, материаловедения, микроэлектроники, поверхностного катализа и ряда других областей науки, определяющих современный научно-технический прогресс [3, 4].

В 2015 г. на источнике синхротронного излучения “Сибирь-2” в Курчатовском комплексе синхротронно-нейтронных исследований (НИЦ “Курчатовский институт”, Москва) был установлен фотоэлектронный канал “НаноФЭС”, представленный в настоящей работе. Он включает оптический канал вывода излучения, в основе которого лежит оптическая схема с монохроматором скользящего падения для диапазона значений энергии возбуждения 25–1500 эВ, разработанная и изготовленная фирмой FMB-Berlin (Германия), и экспериментальная станция. На станции [5], изготовленной фирмой SPECS (Германия), реализованы методики ФЭС, в том числе с угловым разрешением, и спектроскопии рентгеновского поглощения. Возможности исследования образ-

цов *in situ* в условиях сверхвысокого вакуума значительно расширены благодаря включенным в экспериментальную станцию модулям электронной спектроскопии для химического анализа (ЭСХА) и зондовой микроскопии.

ОПТИЧЕСКИЙ КАНАЛ ВЫВОДА ИЗЛУЧЕНИЯ

Оптический канал вывода излучения предназначен для монохроматизации СИ, его фокусировки и достижения исследуемого образца. Оптическая схема канала показана на рис. 1, а параметры оптических элементов приведены в табл. 1. Источником излучения является поворотный магнит накопительного кольца “Сибирь-2” (энергия электронов 2.5 ГэВ) с магнитным полем 1.7 Тл и сечением электронного пучка 800×140 мкм². Начальная часть канала оборудована всеми узлами, необходимыми для безопасной и эффективной работы, а именно: прерывателем фотонного пучка, коллиматором, датчиком положения пучка, радиационным затвором, быстродействующим вакуумным затвором.

Первым оптическим элементом является охлаждаемое тороидальное зеркало M1, которое создает параллельный в вертикальной и горизонтальной плоскостях пучок СИ. Угловой размер пучка излучения, захватываемого первым зерка-

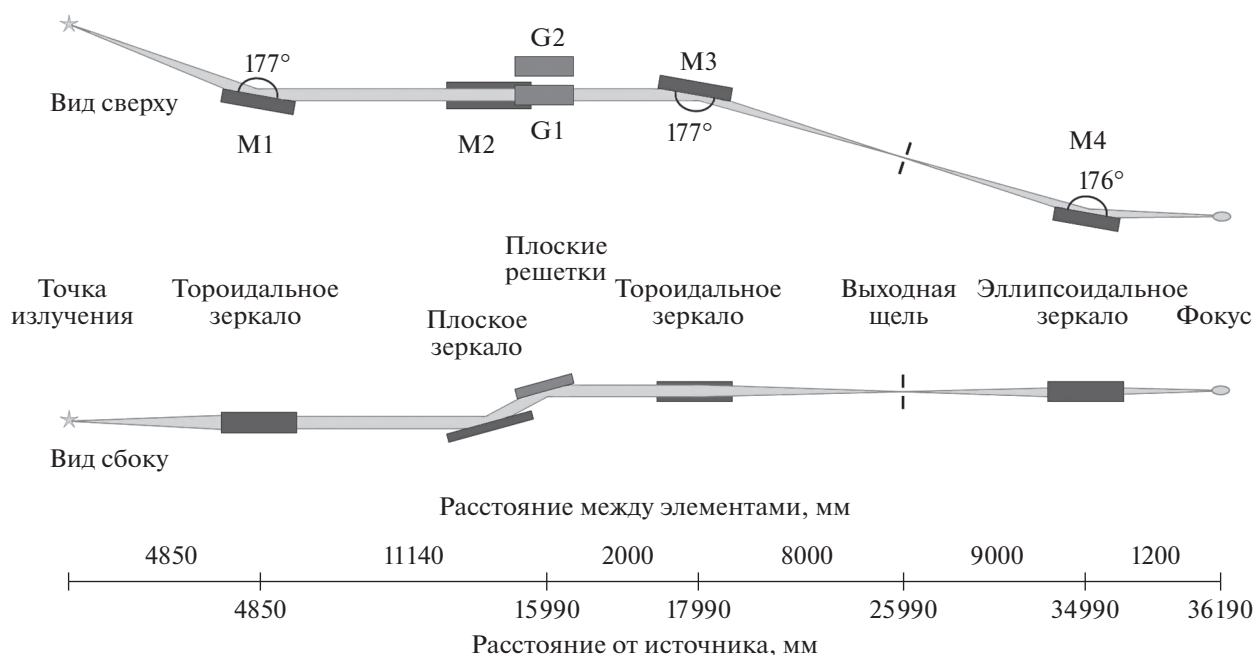


Рис. 1. Оптическая схема канала вывода излучения.

лом, составляет 5×5 мрад. За счет большого угла скольжения пучка на зеркале (1.5°) вся жесткая составляющая рентгеновского излучения поглощается, что приводит к значительной тепловой нагрузке (более 50 Вт), отводимой системой водяного охлаждения.

Далее коллимированный пучок попадает в монохроматор скользящего падения с плоскими решетками, спроектированный по схеме типа SX700 [6, 7] с комбинацией охлаждаемых плоского зеркала M2 и двух решеток G1 и G2, используемых попеременно. Угол скольжения пучка на плоском зеркале изменяется в пределах $0^\circ - 12.2^\circ$, а на решетках – от 2.2° до 16.1° . В монохроматоре используются решетки с плотностью штрихов 600 и 1200 мм^{-1} . Смена решеток осуществляется при их смещении в горизонтальной плоскости без нарушения вакуума. Первая решетка рассчитана для работы в диапазоне 25–900 эВ, а вторая – 50–1500 эВ. Перед монохроматором пучок излучения дополнительно коллимируется четырехножевой

входной апертурной диафрагмой, также охлаждаемой водой.

После монохроматора дифрагированный параллельный пучок излучения фокусируется тороидальным зеркалом M3 на выходную щель, ширину которой можно изменять в пределах от нуля до 5 мм с точностью 0.05 мкм. На рис. 2 показаны рассчитанные зависимости разрешения ΔE и разрешающей силы $E/\Delta E$ от энергии при стандартной ширине щели 100 мкм и константе монохроматора $c = 2$. Видно, что при увеличении энергии фотонов разрешение монохроматора меняется от 4.5 мэВ до 1.1 эВ, в то время как разрешающая сила меняется от 5800 до 1325. Узел выходной щели оборудован средствами наблюдения и диагностики пучка. Перед щелью имеется подвижный люминофорный экран для визуального наблюдения пучка. После щели установлены подвижный калиброванный фотодиод и ионизационная ячейка для измерения поглощения монохроматизированного излучения напускаемых газов. Далее

Таблица 1. Параметры оптических элементов канала вывода излучения

Оптический элемент	Зеркало M1	Зеркало M2	Решетка G1	Решетка G2	Зеркало M3	Зеркало M4
Форма поверхности	Тороид	Плоскость	Плоскость		Тороид	Эллипсоид
Параметры поверхности, мм	$R = 370555$ $\rho = 254$	–	–	–	$R = 955027$ $\rho = 654$	$A = 3600$ $B = 70.2$
Плотность штрихов, мм^{-1}	–	–	600	1200	–	–
Материал	Si	Si	Si		Si	Zerodur
Покрытие	Au	Pt	Au		Au	Au
Размер, мм	1000×100	450×50	200×50		1000×100	900×90

Примечание. R и ρ – большой и малый радиусы кривизны тороида соответственно; A , B – полуоси эллипсоида.

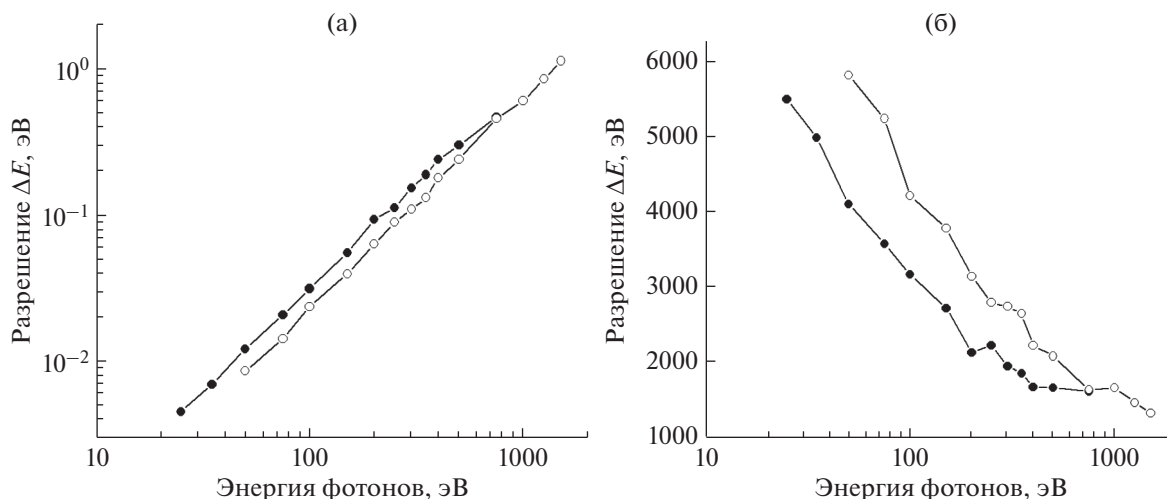


Рис. 2. Зависимости от энергии разрешения ΔE (а) и разрешающей силы $E/\Delta E$ (б) монохроматора, рассчитанная для решетки 600 (закрашенные кружки) и 1200 мм^{-1} (пустые кружки) при константе монохроматора $c = 2$ и ширине выходной щели 100 мкм.

изображение выходной щели фокусируется эллипсоидальным зеркалом М4 на исследуемый образец в камере фотоэлектронного спектрометра.

Каналом вывода излучения управляют с помощью программного обеспечения, разработанного в среде EPICS (Experimental Physics and Industrial Control System). Оно позволяет осуществлять управление механическим перемещением оптических элементов (зеркал, решеток, щели), автоматическое сканирование пучка по энергии и по углам отклонения оптических элементах, контроль и защиту оборудования по различным параметрам, включая напряжение питания насосов, уровень вакуума, давление в гидросистемах.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ СТАНЦИЯ

Экспериментальная станция представляет собой стационарный сверхвысоковакуумный многофункциональный комплекс. Общий вид показан на рис. 3. Станция состоит из трех основных модулей: фотоэлектронного спектрометра 1, камеры подготовки образцов 2 и зондового микроскопа 3. Все модули, включая модуль ЭСХА 4, соединены между собой и механически сопряжены. Имеется шлюз для загрузки образцов из атмосферы 5. Для проведения исследований различными методами *in situ* и передачи образцов между модулями станция оснащена набором сверхвысоковакуумных манипуляторов. Во всех модулях поддерживаются вакуум не хуже 5×10^{-10} мбар.

Фотоэлектронный спектрометр

Фотоэлектронный спектрометр является основным модулем экспериментальной станции «НаноФЭС». Он оснащен полусферическим энергоанализатором Phoibos 225 (энергетическое

разрешение 1 мэВ, угловое разрешение 0.1°) с двумерным позиционно-чувствительным детектором на основе микроканальной пластины и ПЗС-камеры (ПЗС – прибор с зарядовой связью). Измеряемый образец устанавливают на манипулятора с пятью степенями свободы, смещенный с гелиевым криостатом замкнутого цикла, позволяющим получить температуры до 4 К. Образец электрически изолирован от корпуса, поэтому имеется возможность измерения тока утечки с образца для записи спектров рентгеновского поглощения в режиме полного выхода фотоэлектронов. Также имеется дополнительный вторичный электронный умножитель для измерения спектров поглощения в режиме частичного

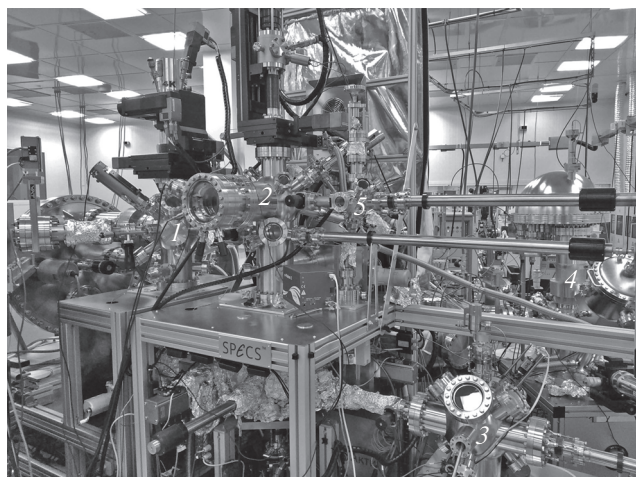


Рис. 3. Общий вид экспериментальной станции: 1 – фотоэлектронный спектрометр; 2 – подготовительная камера; 3 – модуль зондового микроскопа; 4 – модуль ЭСХА; 5 – шлюз загрузки образцов.

выхода электронов. Спектрометр оснащен альтернативным источником излучения — газоразрядной гелиевой лампой с монохроматором, дающей монохроматизированное излучение HeI (21.2 эВ) и HeII (40.8 эВ). Для компенсации эффекта зарядки поверхности при измерении непроводящих образцов в спектрометре установлена электронная пушка с энергией электронов до 500 эВ.

Камера подготовки образцов

В этой камере образец устанавливается на манипулятор с четырьмя степенями свободы, совмещенный с проточным азотным криостатом, который позволяет получить температуру до 100 К. Имеется набор инструментов для модификации и анализа образцов: нагрев электронным ударом до температуры 1270 К, ионные пушки для очистки поверхности и профилирования образцов по глубине, дифракция медленных электронов для контроля качества поверхности и ориентации монокристаллических образцов, масс-спектрометр для анализа газового состава, напылительные ячейки испарения порошков и металлов, кварцевые микровесы для определения толщины напыленных пленок. В камере также имеются дополнительные свободные фланцы для установки другого оборудования, необходимого для проведения конкретного эксперимента. Загрузка образцов из атмосферы осуществляется через шлюз со временем выхода на рабочий вакуум порядка 1.5–2 ч.

Модуль зондовой микроскопии

В основе этого модуля находится зондовый микроскоп SPM Aarhus 150, массивная измерительная головка которого обеспечивает хорошую стабильность — менее 10 пм. В зависимости от типа установленного зонда можно получать изображения как в туннельном режиме, так и в атомно-силовом при максимальной площади сканирования 1.5×1.5 мкм². Измерительная головка через гибкие медные косички соединена с азотным проточным криостатом, что позволяет проводить измерения при температурах образца от 130 до 300 К.

Управление и автоматизация

Управление станцией осуществляется с помощью фирменного программного обеспечения SPECS. Набор программ позволяет измерять и записывать фотоэлектронные спектры в различных режимах при сканировании по кинетической энергии фотоэлектронов, получать микроскопические изображения в туннельном и атомно-силовом режимах, просматривать и анализировать измеренные спектры и изображения, осуществлять дистанционное управление положением образца в спектрометре и подготовительной камере, управлять экспериментом через интегрирование различных узлов экспериментальной установки

(монохроматор, ионная и электронная пушки, манипуляторы и другие узлы).

Модуль ЭСХА

Несмотря на то, что модуль ЭСХА является составной частью экспериментальной станции, он может использоваться самостоятельно. Модуль имеет собственный шлюз загрузки образцов и независимую систему управления оборудованием для проведения измерений и записи фотоэлектронных спектров. Возбуждающим источником излучения является рентгеновская трубка с монохроматором, дающим излучение линии AlK_{α} (энергия фотонов 1486.6 эВ) с энергетическим разрешением $\Delta E = 0.2$ эВ. Модуль оснащен энергоанализатором Phoibos 150 (энергетическое и угловое разрешение 2 мэВ и 0.5° соответственно) с двумерным позиционно-чувствительным детектором на основе микроканальной пластины и ПЗС-матрицы. Для очистки поверхности образцов и их профилирования по глубине имеется ионная пушка. Диаметр держателя образцов, смонтированного на манипуляторе с четырьмя степенями свободы, составляет 100 мм, что дает возможность одновременно установить 10–15 образцов небольших размеров или получать спектры в различных точках образца большой площади.

ОСНОВНЫЕ РАБОЧИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КАНАЛА

Основные параметры фотонного пучка, измеренные при стандартных параметрах: константа монохроматора $c = 2$, ширина выходной щели 100 мкм. На рис. 4 представлены зависимости потока излучения в точке конечного фокуса на образце от энергии падающего излучения для обеих решеток. Зависимости измерены на образце Au(111), поверхность которого была очищена в ходе нескольких циклов ионной бомбардировки и отжига при $800^{\circ}C$. Кривые приведены с учетом квантового выхода материала [8] и нормировки на ток источника СИ 100 мА. Видно, что в среднем поток излучения на образце составляет $\sim 10^{11}$ фотон/с с максимальным значением 5.5×10^{11} фотон/с, что является обычной величиной для каналов в области мягкого рентгена, использующих излучение из поворотного магнита [9, 10]. В приведенных спектрах при энергии около 285 эВ наблюдается значительный провал, который обусловлен поглощением излучения углеродным загрязнением, образующимся на поверхности оптических элементов. Еще один небольшой провал около 530 эВ связан с кислородным загрязнением.

Для оценки энергетического разрешения был измерен спектр поглощения в области резонанса $1s^{-1}\pi^*$ газообразного N_2 (рис. 5). Спектр измерен с использованием решетки 1200 мм⁻¹. Широкий экспериментальный спектр был разложен на не-

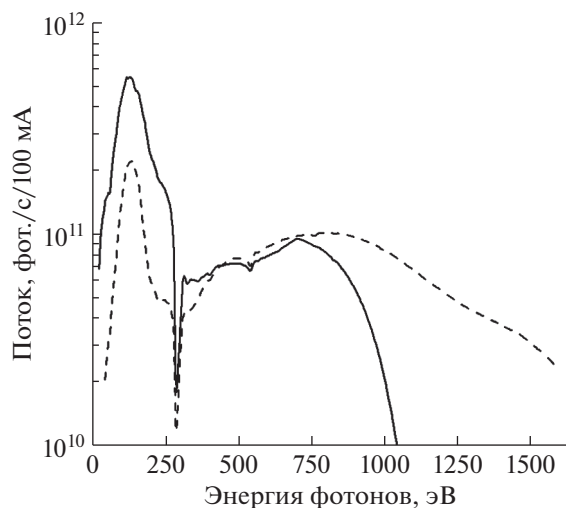


Рис. 4. Поток излучения на образце в зависимости от энергии для решетки 600 (сплошная линия) и 1200 мм^{-1} (штриховая линия).

сколько пиков с помощью функций Фойгта, в которых Лоренцева составляющая ширины линий была принята равной 0.12 ± 0.01 эВ [11]. В результате итераций вклад гауссовой составляющей ширины линий, т.е. инструментальное разрешение ΔE , оказался равным 0.18 ± 0.03 эВ. Это соответствует разрешающей силе монохроматора $E/\Delta E = 2220$ при энергии 400 эВ, что согласуется с расчетными значениями.

На рис. 6 показан фотоэлектронный спектр основной линии $\text{Au}4f_{7/2}$, полученный для чистой поверхности $\text{Au}(111)$ при энергии возбуждения 785 эВ с использованием решетки 600 мм^{-1} . Ширина линии на полувысоте составляет 0.59 эВ, что с учетом разрешения энергоанализатора и естественной ширины линии золота 0.3 эВ [12] соответствует разрешению монохроматора $\Delta E = 0.49$ эВ и разрешающей силе $E/\Delta E = 1602$, что также хорошо согласуется с расчетными значениями.

Размер пятна излучения на образце был определен методом двух сечений с использованием края монокристаллической подложки золота и равен 270×80 мкм, что полностью соответствует расчетным параметрам.

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ

Как показано выше (рис. 4), углеродное загрязнение поверхности оптических элементов приводит к значительному снижению потока фотонов. Опираясь на мировой опыт [13–15], для удаления углеродного загрязнения ученые предлагают оборудовать оптический канал вывода излучения системой напуска кислорода в вакуумные объемы оптических элементов с высокой плотностью излучения, а именно первого входного зеркала и монохроматора. Этот достаточно

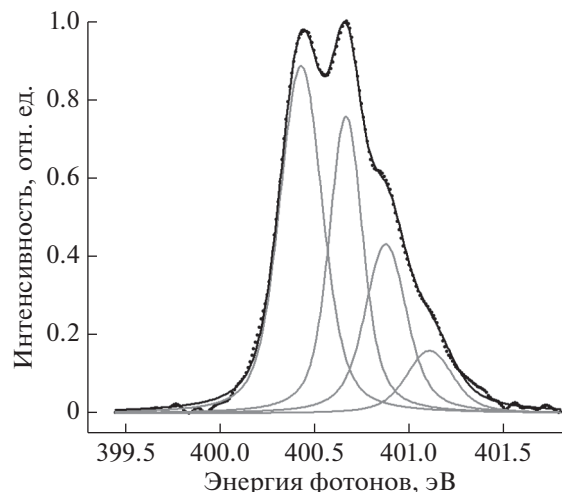


Рис. 5. Спектр поглощения в области резонанса $1s^{-1}\pi^*$ газообразного N_2 : точки — экспериментальная кривая, черная линия — подгоночная кривая, серые линии — элементарные подгоночные кривые.

простой и эффективный метод очистки оптических элементов основан на диссоциации под пучком СИ молекул O_2 с последующим их химическим взаимодействием с углеродом на поверхности и дальнейшем удалении из вакуумного объема образующихся газов CO и CO_2 . Метод применяется *in situ*, причем можно использовать как чистящий режим при повышенном давлении кислорода 10^{-5} – 10^{-6} мбар, так и профилактический режим, т.е. постоянное поддержание избыточного давления кислорода 10^{-8} – 10^{-9} мбар во время сеансов работы с пучком СИ.

Также в перспективе предполагается установка узла измерения опорного входного сигнала, который будет не только учитывать количественно

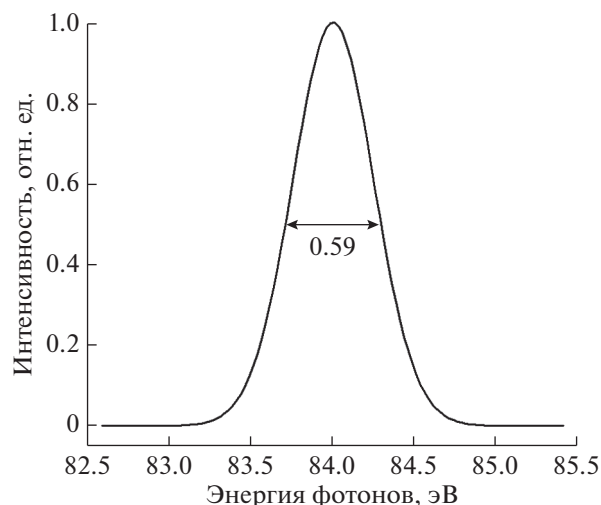


Рис. 6. Фотоэлектронный спектр линии $\text{Au}4f_{7/2}$.

ные характеристики пучка, падающего на образец, но и обладать спектральной чувствительностью, что особенно важно при измерениях спектров поглощения.

Улучшение энергетического разрешения монохроматора возможно в случае уменьшения нынешнего размера электронного пучка в источнике СИ. В полной же мере потенциал канала удастся раскрыть при модернизации накопительного кольца с установкой высокопоточного источника излучения ондуляторного типа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представлен синхротронный канал “НаноФЭС” для исследований поверхности с использованием методик фотоэлектронной спектроскопии, спектроскопии рентгеновского поглощения, зондовой микроскопии. Приведенные результаты измерения параметров канала демонстрируют законченность юстировки оптической схемы и достижение расчетных значений энергетического разрешения и размера пятна на образце.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность коллективу Курчатовского комплекса синхротронно-нейтронных исследований за активное содействие при наладке и запуске канала и станции, а также благодарят сотрудников фирм FMB-Berlin и SPECS за хорошую работу и консультации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Fibelman P.J., Eastman D.E.* // *Phys. Rev. B.* 1974. V. 10. № 12. P. 4932. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.10.4932>
2. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел / Ред. Фирменс Л. и др. М.: Мир, 1981. 468 с.
3. *Damascelli A., Hussain Z., Shen Z.-X.* // *Rev. Modern Phys.* 2003. V. 75. № 2. P. 473. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.75.473>
4. *Lev L.L., Maiboroda I.O., Husanu M.-A., Grichuk E.S., Chumakov N.K., Ezubchenko I.S., Chernykh I.A., Wang X., Tobler B., Schmitt T., Zhanaveskin M.L., Valeev V.G., Strocov V.N.* // *Nature Commun.* 2018. V. 9. P. 2653. <https://doi.org/10.1038/s41467-018-04354-x>
5. *Chumakov R., Menshikov K., Lebedev A., Svechnikov N., Stankevich V., Nazin V., Tsetlin M.* // *Acta Crystallogr. A.* 2017. V. 73. P. C567. <https://doi.org/10.1107/S2053273317090064>
6. *Petersen H.* // *Opt. Commun.* 1982. V. 40. № 6. P. 402. [https://doi.org/10.1016/0030-4018\(82\)90040-2](https://doi.org/10.1016/0030-4018(82)90040-2)
7. *Follath R., Senf F.* // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A.* 1997. V. 390. № 3. P. 388. [https://doi.org/10.1016/S0168-9002\(97\)00401-4](https://doi.org/10.1016/S0168-9002(97)00401-4)
8. *Henneken H., Scholze F., Krumrey M., Ulm G.* // *Metrologia.* 2000. V. 37. P. 485. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/37/5/31>
9. *Molodtsov S.L., Fedoseenko S.I., Vyalikh D.V., Iossifov I.E., Follath R., Gorovikov S.A., Brzhezinskaya M.M., Dedkov Y.S., Püttner R., Schmidt J.-S., Adamchuk V.K., Gudat W., Kaindl G.* // *Appl. Phys. A.* 2009. V. 94. P. 501. <https://doi.org/10.1007/s00339-008-4916-1>
10. *Muntwiler M., Zhang J., Stania R., Matsui F., Oberta P., Flechsig U., Patthey L., Quitmann C., Glatzel T., Widmer R., Meyer E., Jung T. A., Aebi P., Fasel R., T. Greberet* // *J. Synchr. Rad.* 2017. V. 24. P. 354. <https://doi.org/10.1107/S1600577516018646>
11. *Prince K. C., Blyth R. R., Delaunay R., Zitnik M., Krem-pasky J., Slezak J., Camilloni R., Avaldi L., Coreno M., Stefani G., Furlani C., de Simone M., Stranges S.* // *J. Synchr. Rad.* 1998. V. 5. P. 565. <https://doi.org/10.1107/S090904959800065x>
12. *Citrin P.H., Wertheim G.K., Bae Y.* // *Phys. Rev. B.* 1983. V. 27. № 6. P. 3160. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.27.3160>
13. *Koide T., Shidara T., Tanaka K., Yagashita A., Sato S.* // *Rev. Sci. Instrum.* 1989. V. 60. № 7. P. 2034. <https://doi.org/10.1063/1.1140869>
14. *Hansen R.W.C., Bissen M., Wallace D., Wolske J., Miller T.* // *Appl. Opt.* 1993. V. 32. № 22. P. 4114. <https://doi.org/10.1364/AO.32.004114>
15. *Watts B., Pilet N., Sarafimov B., Witteand K., Raabe J.* // *J. Instrum.* 2018. V. 13. P. C04001. <https://doi.org/10.1088/1748-0221/13/04/C04001>

Photoelectron Beamline “NanoPES” of the Kurchatov Synchrotron Radiation Source

A. M. Lebedev^{1,*}, K. A. Menshikov¹, V. G. Nazin¹, V. G. Stankevich¹, **M. B. Tsetlin**¹, R. G. Chumakov¹

¹National Research Center “Kurchatov Institute”, Moscow, 123182 Russia

*e-mail: lebedev.alex.m@gmail.com

The photoelectron beamline “NanoPES” installed at the Kurchatov synchrotron radiation source is presented. The beamline uses radiation from the bending magnet of the Siberia-2 storage ring and includes a grazing incidence monochromator with plane gratings for the energy range 25–1500 eV, as well as an experimental station designed for research using photoelectron spectroscopy and X-ray absorption spectroscopy. The capabilities of experimental station are expanded by the attached modules of electronic spectroscopy for chemical analysis and probe microscopy.

Keywords: synchrotron radiation, beamline, monochromator, photoelectron spectroscopy, X-ray absorption spectroscopy, probe microscopy.