

PREZENTACJA GŁÓWNEGO ZAKRESU MOŻLIWOŚCI OBRAZOWANIA I ANALIZY ZA POMOCA MİKROSKOPU AURIGA® CROSSBEAM® WORKSTATION FIRMY CARL ZEISS ZNAJDUJĄCEGO SIĘ W INSTYTUCIE TECHNOLOGII MATERIAŁÓW ELEKTRONICZNYCH W WARSZAWIE

Iwona Józwik, Anna Piątkowska

Zakład Badań Mikrostrukturalnych, Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych,
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa, tel. (22) 835 30 41 wew.122;
e-mail: iwona.jozwik@itme.edu.pl

Skaningowa mikroskopia elektronowa jest techniką znajdującą szerokie zastosowanie w wielu dziedzinach nauki. Mikroskop elektronowy jest narzędziem nieodzownym w każdym laboratorium zajmującym się technologią materiałów, badaniami w skali mikro i nano oraz badaniami biologicznymi. Urządzenie takie umożliwia nie tylko obrazowanie powierzchni preparatów poddawanych badaniom, lecz również, w połączeniu z odpowiednimi układami, daje możliwość zastosowania w szerokim zakresie badań analitycznych.

W czerwcu 2009 roku Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych dokonał zakupu skaningowego mikroskopu elektronowego z dodatkowym oprzyrządowaniem, który znajduje się na wyposażeniu Zakładu Badań Mikrostrukturalnych (Z-2). Jest to wysokorozdzielczy mikroskop Auriga® CrossBeam® Workstation firmy Carl Zeiss, z opatentowaną technologią kolumny GEMINI™ dedykowany do aplikacji analitycznych i obrazowania próbek w wysokiej próżni (Rys. 1).

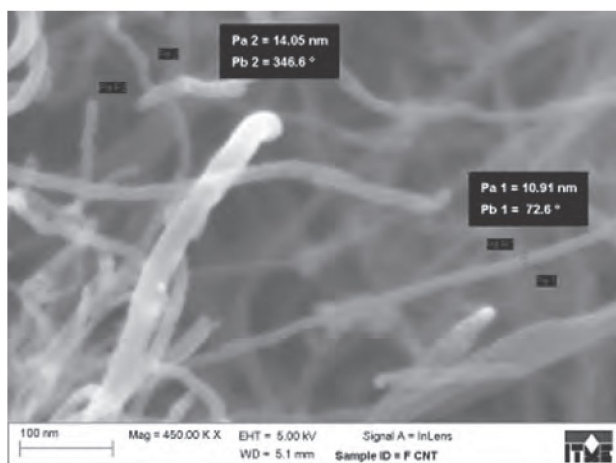


Rys.1. Auriga® CrossBeam® Workstation w Instytucie Technologii Materiałów Elektronicznych.

W kolumnie GEMINI™ zastosowano działo elektronowe typu Schottky'ego z emisją polową, zapewniające mały rozrzut energetyczny i dużą jasność wiązki, jak również dużą stabilność prądu wiązki i niski poziom szumów. Dzięki zastosowaniu modułu High Current/Depth of Field maksymalna wartość możliwego do osiągnięcia prądu na próbce wynosi 20 nA. Napięcie przyspieszające wiązkę elektronów regulowane jest w zakresie 100 V – 30 kV.

UKŁAD DETEKCJI

Mikroskop umożliwia obrazowanie z kontrastem topograficznym (opartym na detekcji elektronów wtórnych – SE) jak i materiałowym (elektrony wstecznie rozproszone – BSE). Poza detektorem Everharta-Thornley'a (SE) standardowo stosowanym w mikroskopach SEM, Auriga-39-04 wyposażony jest w opatentowany pierścieniowy detektor elektronów wtórnych *In-lens* umieszczony bezpośrednio w kolumnie mikroskopu, jak również detektor QBSD – dedykowany czterokwadrantowy detektor elektronów wstecznie rozproszonych oraz detektor STEM pozwalający na obserwacje mikrostruktur w jasnym i ciemnym polu przy użyciu transmisyjnej mikroskopii skaningowej. Rozdzielczość obrazowania za pomocą detektora SE w modzie wysokiej próżni przy energii elektronów 30 kV wynosi 1 nm, natomiast przy zastosowaniu 1 kV jest ona odpowiednio równa 2,5 nm. Badane próbki mogą być znacznych rozmiarów: do 200 mm średnicy i 43 mm wysokości.



Rys. 2. Obraz SEM nanorurek węglowych.

KOMPENSATOR ŁADUNKU

Znanym i dość często występującym problemem przy obrazowaniu SEM jest gromadzenie się ładunku na powierzchni próbek nieprzewodzących. Najczęstszym sposobem radzenia sobie z tym kłopotliwym zjawiskiem jest pokrycie powierzchni próbki cienką warstwą materiału zapewniającego odprowadzanie ładunku. W niektórych przypadkach zabieg taki może być niszczący, szczególnie w przypadku próbek, które po obserwacji mają być poddane dalszym procesom badawczym bądź technologicznym. Alternatywnym rozwiązaniem tego problemu jest zastosowanie kompensatora ładunku. Układ taki pozwala na lokalne dozowanie neutralnego gazu (N_2) w okolicy obszaru próbki poddanego bezpośredniemu działaniu wiązki elektronów. Powstające jony gazu neutralizują ładunek zgromadzony na powierzchni próbki. Mikroskop Auriga-39-04 jest wyposażony w taki układ, co znacznie ułatwia pracę przy próbkach nieprzewodzących.

UKŁAD FIB I GIS

Nazwa CrossBeam[®] Workstation wywodzi się z faktu krzyżowania się dwóch wiązek w komorze mikroskopu, mianowicie wiązki elektronowej i wiązki jonów pochodzącej z układu FIB (*Focused Ion Beam*). W przypadku mikroskopu Auriga-39-04 układ FIB stanowi kolumna CANION 31 (Orsay Physics, Francja), w której źródłem jonów jest płynny gal. Układ ten pozwala na regulowanie napięcia przyspieszającego wiązkę jonów w zakresie 1 kV – 30 kV oraz prądu wiązki w zakresie 1 pA – 50 nA.

Trzy główne funkcje jakie może spełniać FIB to obrazowanie za pomocą wiązki jonów, osadzanie cienkich warstw materiałów oraz trawienie jonowe (również wspomagane chemicznie). Zogniskowana wiązka jonów służyć może zatem m.in. do preparatyki próbek dla obserwacji TEM i STEM, czy też wykonywania przekroju struktur lub trawienia selektywnych wzorów w oparciu o zjawisko trawienia jonowego. Układ FIB we współpracy z układem GIS (Gas Injection System) pozwala na osadzanie cienkich warstw metalicznych (W, Pt) lub o własnościach izolujących (SiO_2) o dowolnie zdefiniowanych kształtach, jak również selektywnego trawienia Si czy SiO_x wspomaganego chemicznie (XeF_2).

WYPOSAŻENIE DODATKOWE

Mikroskop elektronowy Auriga-39-04 został wyposażony w kilka dodatkowych podzespołów, mianowicie EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy), EBSD (Electron Backscattered Diffraction), CL (Cathodoluminescence) oraz układ do elektrolitografii.

Układ EDS (Bruker, Niemcy) wyposażony jest w detektor XFlash[®]5010 nie wymagający chłodzenia ciekłym azotem. Układ ten pozwala na prowadzenie analizy chemicznej jakościowej jak również ilościowej w oparciu o widmo charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego emitowanego przez próbkę bombardowaną elektronami o odpowiedniej energii. Rozdzielczość energetyczna omawianego detektora wynosi <125 eV ($MnK\alpha$, 100 keps), natomiast detekcja pierwiastków odbywa się w zakresie od B do Am. Układ umożliwia analizę pierwiastków w punkcie lub w kilku dowolnie wybranych punktach, w dowolnie wybranym obszarze oraz wykonanie map rozkładu pierwiastków na wybranym obszarze lub wzdłuż dowolnie poprowadzonej linii na powierzchni próbki.

Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD) jest metodą badawczą, która dostarcza informacji o wielkości ziaren, ich orientacji krystalograficznej oraz jednocześnie o składzie fazowym analizowanego materiału. Układ EBSD (Bruker, Niemcy) w mikroskopie Auriga-39-04 jest zintegrowany z detektorem EDS, co pozwala na jednoczesne wykonywanie zarówno badań składu chemicznego jak i struktury. Ze względu na charakter i obszar generacji sygnału w metodzie EBSD konieczne jest odpowiednie przygotowanie próbek. Powierzchnia analizowanej próbki musi być płaska, wypolerowana i pozbawiona warstwy uszkodzonej, w przeciwnym

razie charakterystyczny sygnał tworzący układ pasm Kikuchiego ulegnie rozproszeniu, a identyfikacja orientacji krystalograficznej będzie niemożliwa.

Kolejny wspomniany układ, w który dodatkowo wyposażony został mikroskop Auriga-39-04, to układ do pomiarów katodoluminescencji (EMSystems, Niemcy). Zastosowano w nim dwie głowice pomiarowe (fotopowielacze) czule w zakresie 180 – 900 nm oraz 300 – 1300 nm współpracujące z monochromatorem siatkowym sprzężonym ze światłowodem. Nowatorskie rozwiązanie, jakim jest zastosowanie światłowodu o przekroju $>1,2 \text{ cm}^2$ zwróconego na obszar emisji promieniowania z powierzchni próbki, pozwoliło wyeliminować konieczność stosowania lusterek oraz justowania systemu pomiarowego. Układ ten pozwala na wykonywanie polichromatycznych

i monochromatycznych mikroobrazów katodoluminescencji, jak również rejestrację widm wykrywanego promieniowania oraz ich późniejsze opracowanie i zarządzanie.

W całym wachlarzu możliwości jakie niesie ze sobą mikroskop Auriga-39-04 i jego bogate wyposażenie, znajduje się również układ do litografii wiązką elektronów lub jonów. Jest to uniwersalny system ELPHY Quantum (Raith, Niemcy) do nanolitografii w systemie SEM/FIB.

Operatorzy mikroskopu (Z-2 ITME) zapewniają indywidualne podejście do zleczanych badań. Służymy też pomocą przy doborze odpowiednich typów badań oraz przekazujemy kompleksowo opracowane wyniki pomiarów.

Słowa kluczowe: mikroskopia skaningowa,