

УДК 621.385.833.22

ВОЗМОЖНОСТИ СВЭМ-1 В ИССЛЕДОВАНИИ “ТОЛСТЫХ” ОБЪЕКТОВ

Ю. С. Смирнов, Т. А. Гришина, И. С. Макарова

ГП Научно-исследовательский институт электронной и ионной оптики, Москва, Россия

Анализируются возможности комплекса сверхвысоковольтного электронного микроскопа СВЭМ-1, который позволяет работать при ускоряющем напряжении 2 мВ. Оптимальные толщины для исследования объектов с атомным разрешением составляют от 0,15 мкм для тяжелых металлов и до 0,15 мкм для полупроводников. Оптимальные толщины для изучения объектов методами дифракционного контраста или методами электронографии составляют от 0,01 мкм для тяжелых металлов и до 1 мкм для полупроводников. Оптимальные толщины аморфных объектов равны 510 мкм.

На протяжении ряда лет в ГП НИИ электронной и ионной оптики на базе первого отечественного сверхвысоковольтного электронного микроскопа разрабатывался комплекс СВЭМ-1 [1]. После пробного введения в эксплуатацию, для окончательной доводки до расчетных параметров, комплекс требует дальнейшей доработки отдельных узлов и систем. В случае проведения модернизации комплекса и доведения ускоряющего напряжения до сверхвысоковольтного электронного микроскопа до 2 мВ будет обеспечена уникальная возможность освоения и внедрения в практику материаловедческих исследований ряда специфических, присущих только сверхвысоковольтной электронной микроскопии, режимов работы и экспериментальных эффектов. Будут обеспечены условия и для реализации одного из главных преимуществ высоковольтной электронной микроскопии — возможности увеличения толщин объектов, доступных для исследования в режимах “на просвет”.

ЭЛЕКТРОННО-ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СВЭМ-1

Электронно-оптическая система СВЭМ-1, как и любого просвечивающего электронного микроскопа, построена по классической схеме и состоит из двух основных частей: изображающей системы из четырех линз [объектива (О), ди-

фракционной (Д), промежуточной (Пм) и проекционной (Пц)] и осветительной, состоящей из пушки с линейным ускорителем и трех конденсорных линз (К-0, К-1 и К-2). Основные характеристики линз СВЭМ-1 приведены в таблице.

Линза	D , мм	S , мм	I_w , Ав
К-0	30	25	29 000
К-1	30	25	29 000
К-2	60	60	31 500
О	30	30	58 000
Д	30	25	29 000
Пм	30	25	29 000
Пц	12	12	43 500

Примечание. D и S — диаметр и ширина зазора полюсного наконечника, соответственно; I_w — ампер-витки линз.

Изображающая система СВЭМ-1 обеспечивает получение изображения в широком спектре увеличений M : от $1.000.000\times$ до $100\times$ и ускоряющих напряжений (U) от 0,5 до 2 МВ с шагом 0,25 МВ. Эта же электронно-оптическая система позволит работать при ускоряющем напряжении $U = 3$ МВ в том же диапазоне увеличений. Для всех этих режимов величина относительных искажений изображения, обусловленных дисторсией, на экране диаметром 150 мм не превышает 2 % для всего спектра ускоряющих напряжений.

Изображающая система СВЭМ-1 обеспечивает работу с различными видами микродифракции и реализует режим микродифракции с эффективной длиной камеры 16, 8, 4 и 2 м.

Объектив СВЭМ-1 без смены положения объекта работает в двух режимах — режиме ПЭМ (обычном просвечивающем) и режиме ПРЭМ (просвечивающе-растровом). Переход из одного режима работы в другой осуществляется изменением возбуждения объектива.

При работе в режиме ПЭМ значения коэффициента сферической аберрации $C_{сф} = 9$ мм, коэффициента хроматической аберрации $C_{хр} = 9,5$ мм и фокусное расстояние $F = 13,2$ мм. Ампер-витки объектива $I_{w_{об}} = 40\ 700$ Ав для $U = 2$ МВ и $I_{w_{об}} = 58\ 000$ Ав для $U = 3$ МВ.

При работе в режиме ПРЭМ для предполя объектива, формирующего тонкий зонд на объекте, значения тех же характеристик следующие: $C_{сф} = 5$ мм, $C_{хр} = 7$ мм, $F = 8,5$ мм. Этот режим возможен лишь до значения $U = 1,25$ МВ. При этом $I_{w_{об}} = 53\ 000$ Ав [2]. При оптимальной апертуре $\alpha_{opt} = 6 \cdot 10^{-3}$ возможно получение зонда диаметром $d_3 = 1$ нм при токе $I_3 = 2,2 \cdot 10^{-12}$ А, если яркость источника $\beta = 1 \cdot 10^4$ А/(мм² · стерад).

В СВЭМ-1 предусмотрена работа объектива с двумя полюсными наконечниками. Для работы с приставками и сервисными устройствами устанавливается полюсный наконечник с $D = S = 30$ мм. При этом даже при максимальной МДС, равной 58 кА, объектив работает практически без насыщения.

Для получения наивысшей разрешающей способности используется полюсный наконечник с $D = S = 6$ мм. При максимальной МДС этот полюсный наконечник находится в состоянии сильного насыщения. Расчетные значения основных оптических характеристик для него: $C_{сф} = 2,7$ мм, $C_{хр} = 5,4$ мм и $F = 6$ мм. Поля на

оси такого объектива для режима работы с насыщением материала магнитопровода считались с помощью ППП ЭСТАМП [3].

На рисунке а—г, приведены передаточные функции фазового контраста объектива, оснащенного этим полюсным наконечником. Расчет выполнен по формуле (4.8) из работы [4] с учетом влияния сферической аберрации, дефокусировки и нарушений временной и пространственной когерентности в освещающем пучке. При расчете нарушений временной когерентности учитывалось влияние нестабильностей ускоряющего напряжения ($1 \cdot 10^{-6}$) и тока объектива ($1 \cdot 10^{-6}$), а также теплового разброса электронов при выходе из катода (2,4 эВ), $U = 2$ МВ. Количественной характеристикой нарушения пространственной когерентности служила апертура освещающего пучка электронов. Расчет выполнен при двух величинах апертуры осветителя и при двух дефокусировках:

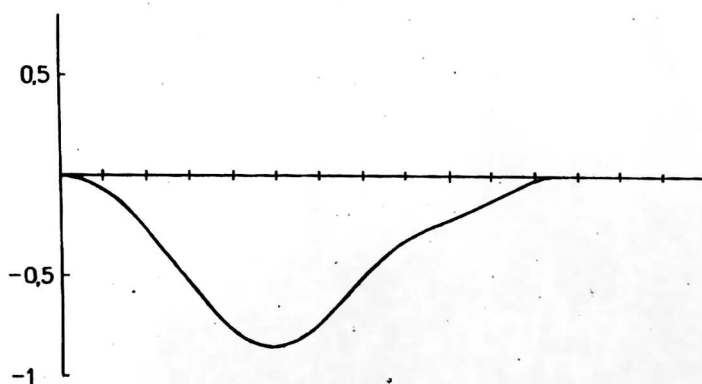
$$\Delta f_0 = (C_{\text{сф}} \lambda^{3/2})^{1/2}, \quad (1)$$

$$\Delta f_1 = (C_{\text{сф}} \lambda^{11/2})^{1/2}. \quad (2)$$

Из сопоставления полученных кривых (см. рисунок) можно сделать следующие заключения:

увеличение апертуры осветителя в рассмотренных пределах немного сужает полосу пропускания и слегка уменьшает максимальное значение коэффициента передачи контраста. Однако для успешной эксплуатации СВЭМ-1 обе апертуры осветителя являются вполне приемлемыми;

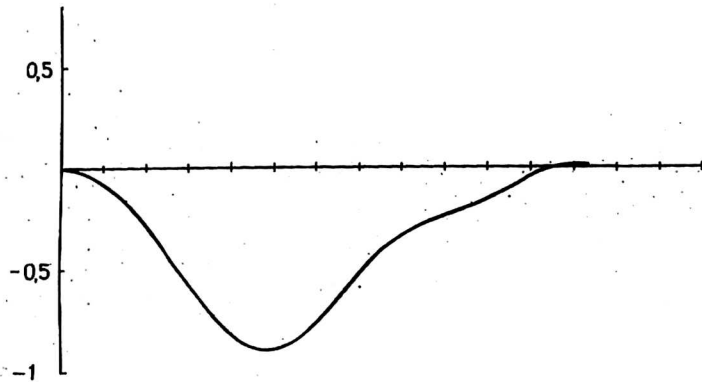
из двух рассмотренных дефокусировок приемлемой для работы является только шерцеровская дефокусировка Δf_0 . Только при ней в пределах полосы пропускания нулевого порядка достижимы приемлемые значения коэффициента передачи контраста. В области полосы пропускания первого порядка (при Δf_1) коэффициент передачи контраста крайне низок.



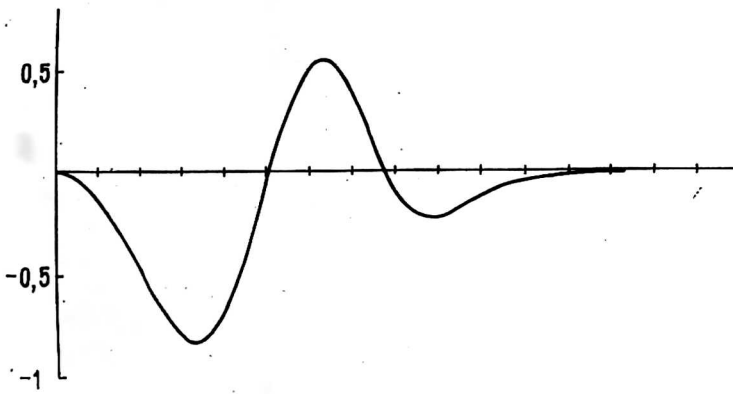
а

Передаточные функции фазового контраста объектива:

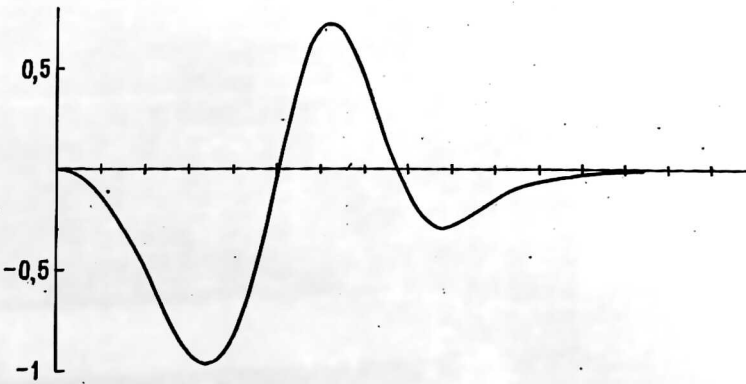
- а — дефокусировка (по Шерцеру) (1) $\Delta f_0 = 45,2$ нм, апертура осветителя $\alpha = 4 \cdot 10^{-4}$;
 б — дефокусировка (по Шерцеру) $\Delta f_0 = 45,2$ нм, апертура осветителя $\alpha = 1 \cdot 10^{-4}$;
 в — дефокусировка $\Delta f_1 = 86,5$ нм, апертура осветителя $\alpha = 4 \cdot 10^{-4}$; г — дефокусировка
 $\Delta f_1 = 86,5$ нм, апертура осветителя $\alpha = 1 \cdot 10^{-4}$



δ



δ



2

Дифракционный предел разрешения (δ) уменьшается с ростом ускоряющего напряжения благодаря уменьшению длины волны электрона, несмотря на рост значений $C_{сф}$ и $C_{хр}$. Значения дифракционного предела разрешения для двух полюсных наконечников рассчитывались по формуле:

$$\delta = 0,66 (C_{сф} \lambda^3)^{1/4} \text{ нм}, \quad (3)$$

где λ — длина волны электрона, нм.

Получилось [2]:

$$\begin{aligned} \text{для } U = 2 \text{ мВ при } D = S = 30 \text{ мм} & \quad \delta = 0,12 \text{ нм;} \\ \text{для } U = 3 \text{ мВ при } D = S = 30 \text{ мм} & \quad \delta = 0,095 \text{ нм;} \\ \text{для } U = 2 \text{ мВ при } D = S = 6 \text{ мм} & \quad \delta = 0,09 \text{ нм.} \end{aligned}$$

Изображающая система СВЭМ-1 позволяет разместить пятую линзу. Тогда можно будет сохранять одинаковый угол поворота изображения при смене увеличений.

Осветительная система СВЭМ-1 состоит из трех конденсаторных линз, позволяющих осуществлять переменные условия освещения объекта в широких пределах при сохранении постоянной яркости свечения экрана.

Для сравнения — аналогичные электронно-оптические параметры сверхвысоковольтного электронного микроскопа в Осаке (Япония) после модернизации, завершенной в 1994 г. [5], следующие:

$$\begin{aligned} \text{в режиме ПЭМ } F = 10,5 \text{ мм, } C_{сф} = 7,7 \text{ мм, } C_{хр} = 7 \text{ мм;} \\ \text{в режиме ПРЭМ } F = 11,5 \text{ мм, } C_{сф} = 6 \text{ мм, } C_{хр} = 8 \text{ мм.} \end{aligned}$$

Электронно-оптическая система СВЭМ-1 в случае проведения модернизации и доведения ускоряющего напряжения до 2 МэВ способна обеспечить полную реализацию главного преимущества высоковольтной электронной микроскопии, — возможность исследования более толстых объектов, чем это удастся при ускоряющих напряжениях в диапазоне от 100 до 300 кВ.

Оптимальные для исследования методами электронной микроскопии и электронной дифракции толщины кристаллических объектов пропорциональны значениям экстинкционной длины (длина пути в материале, после прохождения которого электроны по сравнению с электронами, прошедшими тот же путь в вакууме, приобретают сдвиг по фазе, равный длине волны). С увеличением ускоряющего напряжения от 100 кВ до 2 МВ экстинкционная длина возрастает прямо пропорционально изменению скорости электронов, т. е. в 1,786 раза [6].

При ускоряющем напряжении 2 МВ толщины, оптимальные для исследования с атомным разрешением, составляют:

$$\begin{aligned} \text{для тяжелых металлов (Au, Pt, Ag)} & \quad 0,015 \text{ мкм;} \\ \text{для легких металлов (Al)} & \quad 0,06 \text{ мкм;} \\ \text{для полупроводниковых материалов} & \quad 0,1-0,15 \text{ км.} \end{aligned}$$

Толщины, оптимальные для исследования в режимах, использующих дифракционный контраст, и методами электронографии (исследование дислокаций, структуры межзеренных и межфазных границ, морфологии микровключений) составляют [7]:

$$\begin{aligned} \text{для тяжелых металлов} & \quad 0,05-0,07 \text{ мкм;} \\ \text{для легких металлов} & \quad 0,35-0,5 \text{ мкм;} \\ \text{для полупроводниковых материалов} & \quad 0,5-1,0 \text{ мкм.} \end{aligned}$$

Толщины аморфных объектов, органических, полимерных и биологических, пригодные для исследования в ЭМ, с увеличением ускоряющего напряжения возрастают, главным образом, за счет увеличения проникающей способности электронов в материал и снижения вредного влияния хроматической аберрации (за счет уменьшения вероятности неупругого рассеяния [8]). При ускоряющем напряжении 2 МВ доступные для исследования толщины этих объектов составляют 5—10 мкм.

После проведения модернизации и доведения ускоряющего напряжения до 2 МВ будут созданы предпосылки многоцелевого использования комплекса СВЭВ-1 в прикладных исследованиях. Возможность проведения прикладных исследований в режиме ПЭМ и в дифракционных режимах преимущественно связана с использованием длиннофокусного полюсного наконечника объективной линзы.

Длиннофокусный полюсный наконечник предназначен для проведения исследований с применением гониометра, обеспечивающего вращение объекта на 360° и наклон на $\pm 45^\circ$ с разрешением 1,5—2 нм. Наличие гониометра обеспечивает возможность успешной реализации дифракционного контраста и дифракционных режимов при исследовании особенностей кристаллической структуры объекта (дислокационной структуры, межфазных, межзеренных и межслоевых границ). Предполагается использовать его при исследовании полупроводниковых материалов, композитов, сверхрешеток и т. д.

Особенности конструкции длиннофокусного объектива (наличие зазора 30 мм между башмаками полюсного наконечника) обеспечивают также возможность использования модификаций:

специализированных объектодержателей — охлаждаемого, с подогревом и с растяжением объекта. Его предполагается использовать при исследовании структуры и морфологии образцов металлов и сплавов;

объектодержателя с микрокамерой, в которой можно проводить исследования объектов, находящихся в газовой среде и во влажном состоянии для изучения биологических объектов, химических реакций и др. Эту модификацию предполагается использовать при исследовании структуры волокон ДНК в нативном состоянии (в естественном влажном состоянии без введения контрастирующих добавок);

встраивания ионной пушки или источника лазерного излучения и т. п., что позволяет проводить обработку исследуемого объекта *in situ* (непосредственно в процессе наблюдения) ионами, лазерным излучением и т. д. Эти модификации предполагается использовать при работе в режиме электронной дифракции на отражение в процессе изучения динамики поведения потенциального рельефа на профиле бокового сечения сверхрешеток и твердых растворов.

Литература

1. Стоянов П. А. Электронный микроскоп СВЭМ-1 // Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1988. Т. 52. № 7. С. 1429—1433.
2. Макарова И. С., Супрун Н. Н., Фрейдман А. В., Стоянов П. А. Расчетное исследование характеристик электронно-оптической системы сверхвысоковольтного электронного микроскопа // Там же. С. 1417—1420.
3. Дер-Шварц Г. В., Ильин В. П., Кузнецов С. Б. и др. // Там же. 1983. Т. 47. № 6. С. 1130—1134.
4. Спенс Дж. Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения. — М.: Наука, Гл. ред. физ.-мат. лит. 1986. — 320 с.
5. Electron Microscopy, 1992. V. 1. EUREM-92. Granada (Spain). P. 69.
6. Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. — М.: Мир, 1968.
7. Томас Г., Гориндж М. Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. — М.: Наука, 1983.

THE POSSIBILITIES OF HIGH-VOLTAGE MICROSCOPE SVEM-1 FOR RESEARCH OF "THICK" OBJECTS

U. S. Smirnov, T. A. Grishina, I. S. Makarova
Research Institute for Electron and Ion Optics, Moscow, Russia

The possibilities of high-voltage microscope SVEM-1 for research of "thick" objects is elaborated. SVEM-1 is allowed to work with accelerating voltage, equal 2 MV. The optimal thicknesses for the study of objects with atomic resolution is equal from 0,015 mk (for heavy metals) to 0,15 mk (for semiconductors). The optimal thicknesses for the study of objects in modes, using diffraction contrast and methods of electronography, is equal from 0,01 mk (for heavy metals) to 1 mk (for semiconductors). The optimal thicknesses of amorphous objects equal 5–10 mk. Phase contrast transfer functions for high resolution objective was calculated.