

УДК 542.8

**Подготовка диэлектрических образцов для исследования
методом растровой электронной микроскопии**

Демидов Павел Сергеевич⁽¹⁾

Литвак Юрий Николаевич⁽²⁾

Беляков Илья Владимирович⁽³⁾

*Студент 3 курса⁽¹⁾, кафедра «Технологии приборостроения»
аспирант 2 года⁽²⁾, кафедра «Электронные технологии в машиностроении»
Московский государственный технический университет им. Н.Э.Баумана;
ученик 11 класса⁽³⁾, многопрофильный технический лицей 1501*

*Научный руководитель: В.М. Башков,
кандидат технических наук, доцент кафедры «Технологии приборостроения»
Московский государственный технический университет им. Н.Э.Баумана*

МГТУ им. Н.Э. Баумана

paveldem1992@mail.ru

yourie@yandex.ru

deeptol@nm.ru

В данной работе рассматривается проблема свечения диэлектрика, при изучении методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Целью работы является выявление оптимального способа подготовки образца из поликарбоната для исследования методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Растровый электронный микроскоп (РЭМ, англ. Scanning Electron Microscope, SEM) — прибор, предназначенный для получения изображения поверхности объекта с высоким (несколько нанометров) пространственным разрешением, также информации о составе, строении и некоторых других свойствах приповерхностных слоёв. Основан на принципе взаимодействия электронного пучка с исследуемым веществом.

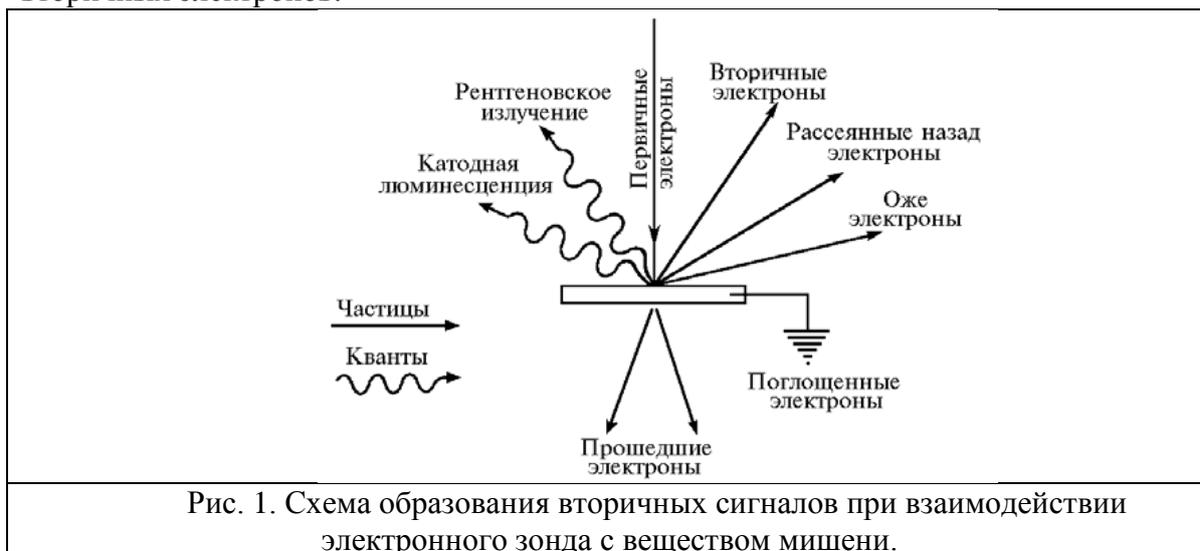
Современный РЭМ позволяет работать в широком диапазоне увеличений приблизительно от 10 крат (то есть эквивалентно увеличению сильной ручной линзы) до 1 000 000 крат, что приблизительно в 500 раз превышает предел увеличения лучших оптических микроскопов.

Сегодня возможности растровой электронной микроскопии используются практически во всех областях науки и промышленности, от биологии до наук о материалах. Существует огромное число выпускаемых десятками фирм разнообразных конструкций и типов РЭМ, оснащенных детекторами различных типов.

Принцип работы. Разрешающая способность (способность различать тонкие детали) человеческого глаза, вооруженного оптическим микроскопом, помимо

качества увеличительных линз ограничена длиной волны фотонов видимого света. Лучшие оптические микроскопы могут обеспечить наблюдение деталей с размером 0.1-0.2 мкм. Если мы захотим увидеть более тонкие детали, необходимо сократить длину волны, которая освещает объект исследования. Для этого можно использовать не фотоны, а, например, электроны, длина волны которых намного меньше. Электронные микроскопы — результат воплощения этой идеи.

Рис. 1 иллюстрирует принципиальную схему РЭМ: тонкий электронный зонд (электронный пучок) направляется на анализируемый образец. В результате взаимодействия между электронным зондом и образцом возникают низкоэнергетичные вторичные электроны, которые отбираются детектором вторичных электронов.



Основные типы сигналов, которые генерируются и детектируются в процессе работы РЭМ: вторичные электроны (ВЭ или режим рельефа) отражённые электроны (ОЭ или режим фазового контраста) прошедшие через образец электроны, в случае установленной STEM-приставки (используется для исследования органических объектов) дифракции отражённых электронов (ДОЭ) потери тока на образце (ПЭ или детектор поглощенных электронов) ток, прошедший через образец (ТЭ или детектор прошедших электронов) характеристическое рентгеновское излучение (РСМА или рентгеноспектральный микроанализ) ВДА или волнодисперсионный анализ) световой сигнал (КЛ или катодolumинесценция).

Каждый акт столкновения сопровождается появлением электрического сигнала на выходе детектора. Интенсивность электрического сигнала зависит как от природы образца (в меньшей степени), так и от топографии (в большей степени) образца в области взаимодействия. Таким образом, сканируя электронным пучком поверхность объекта возможно получить карту рельефа проанализированной зоны.

Тонкий электронный зонд генерируется электронной пушкой, которая играет роль источника электронов, сокращенного электронными линзами, которые играют ту же роль по отношению к электронному пучку как фотонные линзы в оптическом микроскопе к световому потоку. Катушки, расположенные согласно двум взаимоперпендикулярным направлениям (x, y), перпендикулярным направлению пучка (z) и контролируемые синхронизированными токами, позволяют подвергнуть зонд сканированию подобно сканированию электронного пучка в электронно-лучевой трубке телевизора. Электронные линзы (обычно тороидальные магнитные) и отклоняющие катушки образуют систему, называемую электронной колонной.

В современных РЭМ изображение регистрируется исключительно в цифровой форме, но первые РЭМы появились в начале 1960 годов задолго до распространения цифровой техники и поэтому изображение формировалось способом синхронизации развёрток электронного пучка в кинескопе с электронным пучком в РЭМ и регулировки интенсивности трубки вторичным сигналом. Изображение образца тогда появлялось на фосфоресцирующем экране кинескопа и могло быть зарегистрировано на фотопленке.

Исследование явлений, возникающих при облучении диэлектрических материалов электронами с энергией 1-50 кэВ, вызывает большой интерес не только в радиационной физике диэлектриков, но и в таких областях, как радиоэлектроника, микроэлектроника, ядерная физика, космонавтика и т.п. Изучение радиационно-стимулированных процессов в диэлектриках важно и при создании новых диэлектрических и композиционных материалов с заданными электрофизическими свойствами в связи с широким использованием таких материалов в различных приборах и устройствах, работающих в полях ионизирующих излучений.

При исследовании диэлектрических образцов на них накапливается статический заряд, образованный первичными электронами. Зарядка поверхности может приводить к изменению контраста изображения, изменению эффективной энергии падающих электронов, невозможности проведения количественного микроанализа и т.д. Поэтому для проведения исследования диэлектриков их необходимо покрыть слоем проводящего материала.

Задачи:

1. Нанести на поликарбонатную основу токопроводящее покрытие различными методами: магнетронное распыление, химическое и гальваническое осаждение.
2. Методом растровой электронной микроскопии получить изображения исходного образца из поликарбоната.
3. При помощи программных средств ПК оценить качество полученных изображений при различных способах подготовки образца.

В результате работы будет выявлен оптимальный способ подготовки диэлектрического образца методом нанесения токопроводящих покрытий на поликарбонатную основу.

Для решения поставленной задачи был взято четыре образца из поликарбоната. Лазерный диск был механически расслоен до поликарбонатной основы. Изучить поверхность лазерного диска без токопроводящего покрытия с помощью РЭМ невозможно - буквально за 2-3 секунды диэлектрик накапливает заряд и начинает светиться (рис. 2).

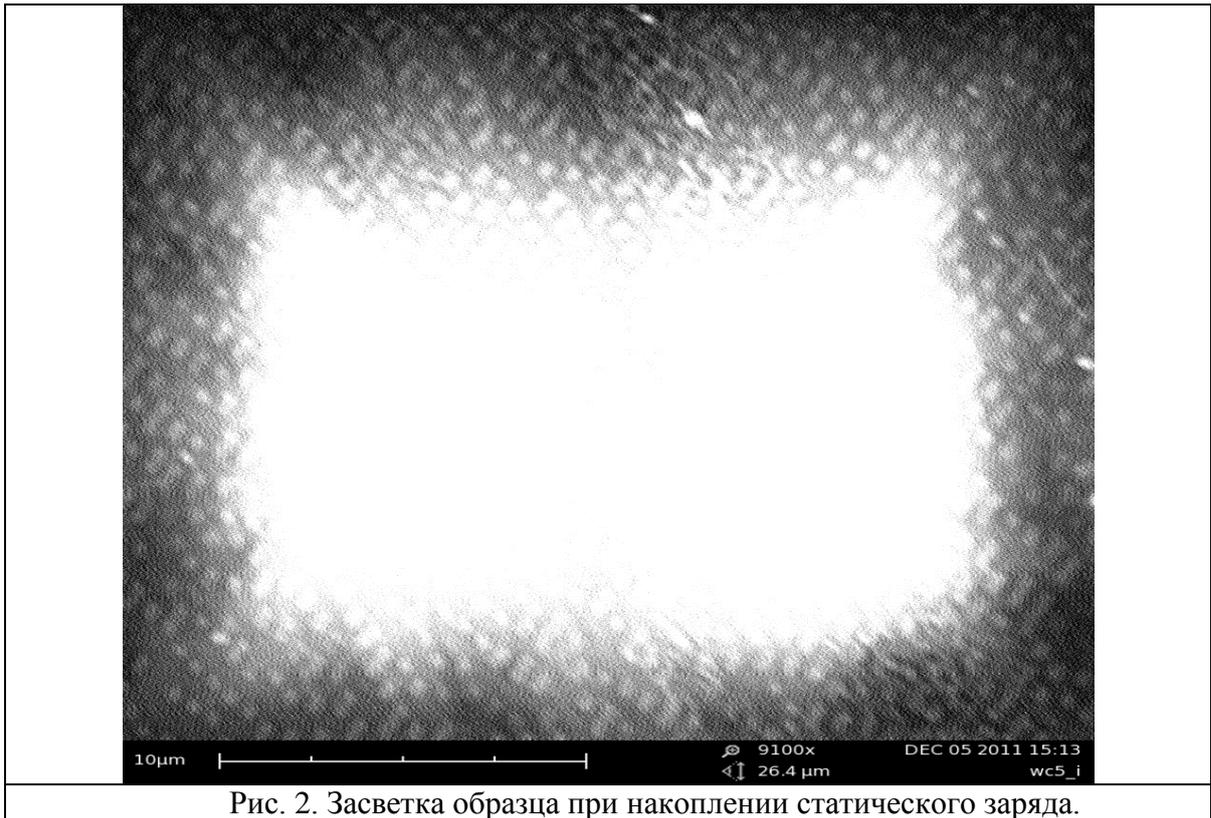


Рис. 2. Засветка образца при накоплении статического заряда.

Поэтому на образцы методом магнетронного распыления, гальванического осаждения и химического осаждения были нанесены токопроводящие покрытия.

Основы технологии

Магнетронное распыление. Принцип магнетронного распыления основан на образовании над поверхностью катода кольцеобразной плазмы в результате столкновения электронов с молекулами газа (чаще всего аргон). Положительные ионы, образующиеся в разряде, ускоряются в направлении катода, бомбардируют его поверхность, выбивая из неё частицы материала (рис. 3).

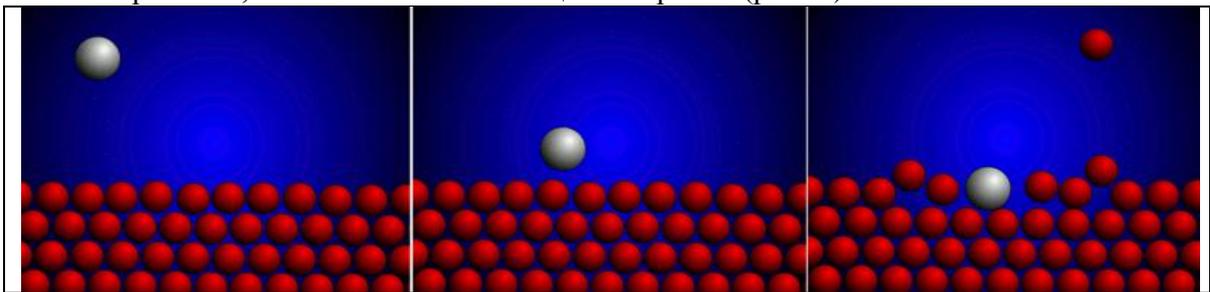


Рис. 3. Бомбардировка поверхности положительными ионами.

Покидающие поверхность мишени частицы осаждаются в виде плёнки на подложке, а также частично рассеиваются на молекулах остаточных газов или осаждаются на стенках рабочей вакуумной камеры.

Для эффективной ионизации аргона, распыляемый материал (мишень) размещают на магните (рис. 4).

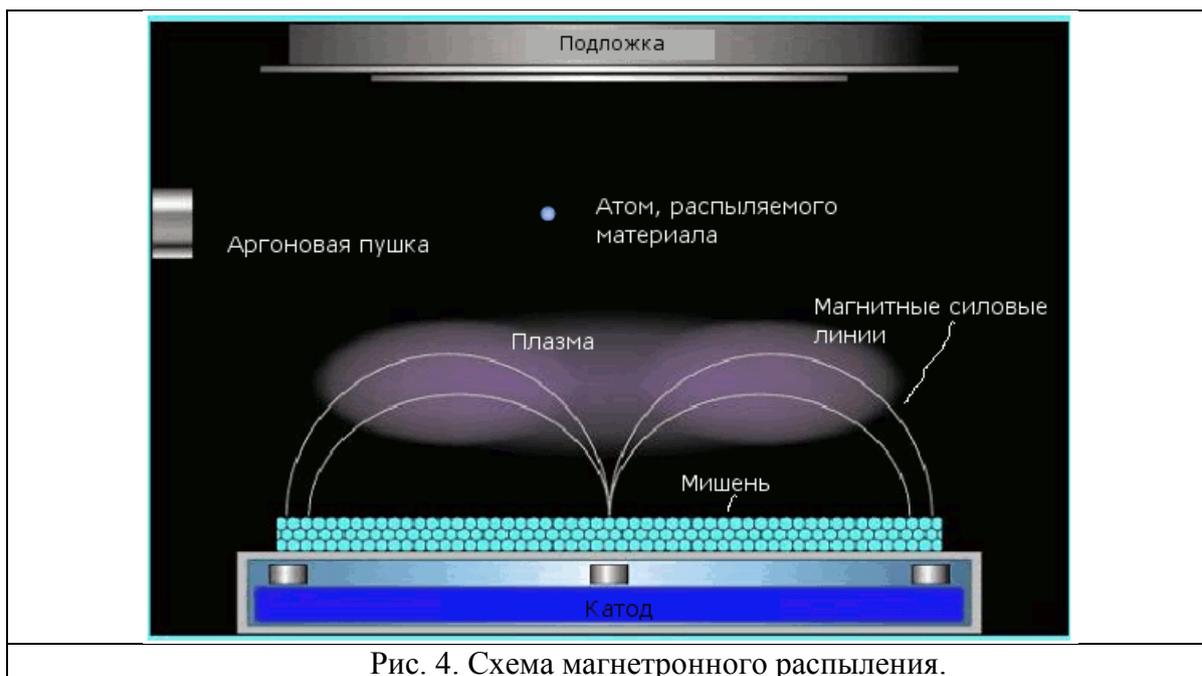


Рис. 4. Схема магнетронного распыления.

В результате эмиссионные электроны, вращающиеся вокруг магнитных силовых линий локализируются в пространстве и многократно сталкиваются с атомами аргона, превращая их в ионы. При столкновении ионов с поверхностью мишени происходит передача момента импульса материалу. Падающий ион вызывает каскад столкновений в материале. После многократных столкновений импульс доходит до атома, расположенного на поверхности материала, и который отрывается от мишени и высаживается на поверхности подложки. Среднее число выбитых атомов на один падающий ион аргона называют эффективностью процесса, и зависит от угла падения, энергии и массы иона, массы испаряемого материала и энергии связи атома в материале. В случае испарения кристаллического материала эффективность также зависит от расположения кристаллической решетки.

Гальваническое осаждение. Гальванизация — это метод покрытия одного металла каким-либо другим путём электролиза. Гальванизируют поверхности в декоративных целях (например, посеребрение). В промышленности же гальванизацию применяют для укрепления металлической поверхности изделий и защиты их от воздействия внешней среды, например от коррозии; обычно гальванизируют цинком (оцинковка), медью, хромом, никелем.

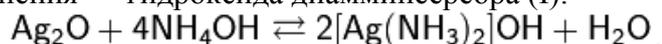


Рис. 5. Гальванические ванны.

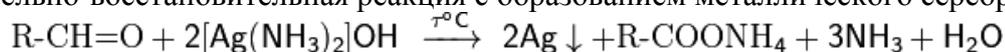
Пример гальванизации серебром и золотом: в ёмкость с водой добавляется катализатор для усиления электропроводности воды, опускается медная (для большей электропроводности) рама с прикреплённым к ней мешочком с серебром. Также опускается вторая рама с прикреплённой металлической деталью, которую надо посеребрить. Рама с серебром присоединяется к генератору постоянного тока, на клемму «-», а раму с деталью — на клемму «+», включается генератор. Ионы серебра под воздействием тока переходят в воду и оседают на металлической детали. Через некоторое время получается посеребрённая деталь. Гальванические ванны, в которых проводится осаждение, приведены на рис. 5.

Химическое осаждение. Реакция серебряного зеркала — это реакция восстановления серебра из аммиачного раствора оксида серебра (реактив Толленса).

В водном растворе аммиака оксид серебра растворяется с образованием комплексного соединения — гидроксида диамминсеребра (I):



при добавлении к которому альдегида (например, глюкоза) происходит окислительно-восстановительная реакция с образованием металлического серебра:



Серебряное зеркало образуется в том случае, если восстанавливающееся серебро осаждается на гладких стенках сосуда из не слишком концентрированных растворов. Малейшие загрязнения мешают восстанавливающемуся серебру "уцепиться" за стекло и заставляют его выделяться в виде рыхлого осадка.

Углеродное напыление. Принцип углеродного напыления основан на способности графитовых нитей эмитировать атомы углерода, которые осаждаются на образце. Для осуществления этого процесса графитовую нить зажимают в клеммах и по ней пропускают электрический ток. Под действием тока нить начинает испускать атомы углерода, которые затем покрывают образец.

Полученные образцы

С помощью магнетрона было получено два образца, один с медным напылением, другой с напылением углерода. На первый образец медь выпала в виде

капель, и исследуемой площади не достаточно для анализа поверхности, так как сохраняется эффект люминесценции, и при многократном приближении образец накапливает заряд. На второй образец графит осадился приблизительно равномерно по всей площади образца, эффект свечения наблюдается не так активно как при отсутствии напыления, и время до “исчезновения картинка” достаточно для изучения поверхности диска.

Методом гальванического осаждения на объект была нанесена медная плёнка (при $I=0.03A$, $U=0.5V$). Эффект свечения остался, но он был медленнее.

Химическое осаждение не дало результата – изучаемая поверхность отсутствует.

Для оценки изображений была использована программа *National Instruments Vision Assistant 8.5*. Изображения, годные для обработки, были пропущены через одинаковые цифровые фильтры, чтобы уравнивать значения средней яркости для обеспечения равенства условий дальнейшего их анализа. С помощью функций редактора были выделены границы по градиенту яркости. Наибольший модуль градиента яркости в окрестности точки исходного изображения соответствует наибольшему значению яркости изображения после преобразования (фильтр Собеля). Для выявления лучшего способа подготовки образца был использован коэффициент (K), показывающий отношения черных пикселей к не черным. На изображении с графитом коэффициент приблизительно равен $K=0.33$. А на изображении с медью коэффициент приблизительно равен $K=0.26$.

Качество полученной поверхности и градиент яркости в зависимости от метода нанесенного покрытия сведены в таблицу.

Результаты работы

Образцы	Магнетрон	Химия	Гальваника	Углерод
Годность для дальнейшего исследования	Недостаточно для исследования.	Мешает исследованию	Годен.	Годен.
Градиент	-	-	0.26(46%)	0.56(100%)

Исходя из данных, полученных при оценке изображения с помощью ПО, диэлектрик с нанесённым методом магнетронного распыления токопроводящим покрытием из углерода дал лучший результат при исследовании.

Литература

1. Оура К. Введение в физику поверхности. – М.: Наука, 2006. – 490 с.
2. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д. – М.: Мир, 1984. – 356 с.
3. А.И. Коротин. Технология нанесения гальванических покрытий. – М.: Высшая школа, 1984. – 200 с.