

11;12

Прибор для визуализации атомной структуры поверхностных слоев на основе эффекта фокусировки электронов

© И.И. Пронин, Д.А. Валдайцев, М.В. Гомоюнова, Н.С. Фараджев, А.Г. Банщиков

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 6 октября 1997 г.)

Описан простой прибор для визуализации атомного строения поверхностных слоев путем регистрации максимумов фокусировки в пространственном распределении электронов с энергией 1–3 keV, отраженных от исследуемого образца с потерями энергии до ≈ 300 eV. Его основу составляют широкоугольный энергоанализатор тормозящего поля с микроканальным усилителем потока электронов и видеосистема для сбора и обработки информации, обеспечивающая получение данных со скоростью до 50 распределений в секунду, что позволяет изучать в динамике структурные перестройки в приповерхностной области толщиной примерно 15 Å. При этом малый ток пучка первичных электронов (0.1 μ A) сводит к минимуму электронно-стимулированные воздействия на исследуемый объект.

Атомное строение поверхности является одной из тех важнейших характеристик, знание которых необходимо как для понимания специфики ее свойств и протекающих на ней многообразных физико-химических процессов, так и для решения широкого круга прикладных задач. Поэтому развитию методов структурного анализа приповерхностной области толщиной порядка нескольких ангстрем в последние десятилетия уделялось исключительно большое внимание. В результате был создан целый комплекс весьма информативных методов, среди которых важную роль играют дифракция быстрых ($E_p = 20\text{--}50$ keV) и медленных (до 300 eV) электронов. Электроны же промежуточных энергий ($E_p \approx 1$ keV) в структурном анализе поверхности до последних лет не использовались. Однако недавно появились доказательства того, что дифракционные картины (кикучи-картины) отраженных электронов средней энергии также весьма информативны и даже обладают рядом преимуществ по сравнению с традиционными методами. Дело в том, что в указанном диапазоне энергий ключевую роль в механизме рассеяния электронов твердым телом играет эффект фокусировки (forward-focusing) [1]. Он приводит к тому, что доминирующими особенностями дифракционных картин становятся максимумы, ориентированные вдоль цепочек атомов. Поэтому простое измерение кикучи-картины, проводимое в достаточно широком телесном угле, позволяет непосредственно визуализировать в реальном пространстве кристаллическую структуру тонкого приповерхностного слоя исследуемого объекта [2–6].

В настоящее время используются две методики регистрации кикучи-картин. Наиболее простая из них связана со стандартным электронографом, широко применяемым в дифракции медленных электронов. Основными элементами этого прибора являются электронная пушка, сеточная система для создания тормозящего электрического поля и люминесцентный экран. Для наблюдения дифракционной картины образец облучается достаточно интенсивным пучком первичных электронов с энергией

примерно 2 keV (ток пучка составляет несколько микроампер), а детектируются неупруго отраженные электроны с потерями, не превышающими 10% от энергии первичных электронов. Оснащенный видеокамерой, такой прибор обеспечивает возможность достаточно быстрой регистрации (за время ≈ 1 s) дифракционных картин в телесном угле, ограниченном конусом с полураствором по полярному углу 55° [2].

Проводить прецизионные измерения кикучи-картин в более широком диапазоне углов вылета электронов позволяют приборы другого типа. В этом случае регистрация данных производится "по точкам" путем сканирования всей полусферы отражения электронов узкоапертурным энергоанализатором [4]. Однако такой способ получения информации очень медленный (для получения полной картины требуется время порядка получаса) и не эффективен для практических приложений.

В настоящей работе описан новый прибор, специально предназначенный для визуализации строения приповерхностных слоев путем регистрации дифракционных картин электронов средних энергий. Он сочетает возможность усиления яркости кикучи-картины, измеряемой в достаточно широком телесном угле, с высокой поверхностной чувствительностью структурного анализа, достигаемой за счет использования пучка первичных электронов, падающих на поверхность образца под скользящим углом [7].

Электронно-оптическая схема разработанного прибора показана на рис. 1. Так же как и в рассмотренном выше электронографе, исследуемый образец 1 зондируется электронным пучком из источника электронов 2, в качестве которого применяется стандартная электронная пушка для оже-электронного спектрометра 09ИОС-3 (НИТИ, Рязань). Она смонтирована на отдельном фланце Дуб0, который расположен под углом 10° к поверхности мишени. Диаметр пучка электронов с энергией 1.5–3 keV не превышает 0.1 mm. Пушка снабжена растровой системой сканирования, необходимой для на-

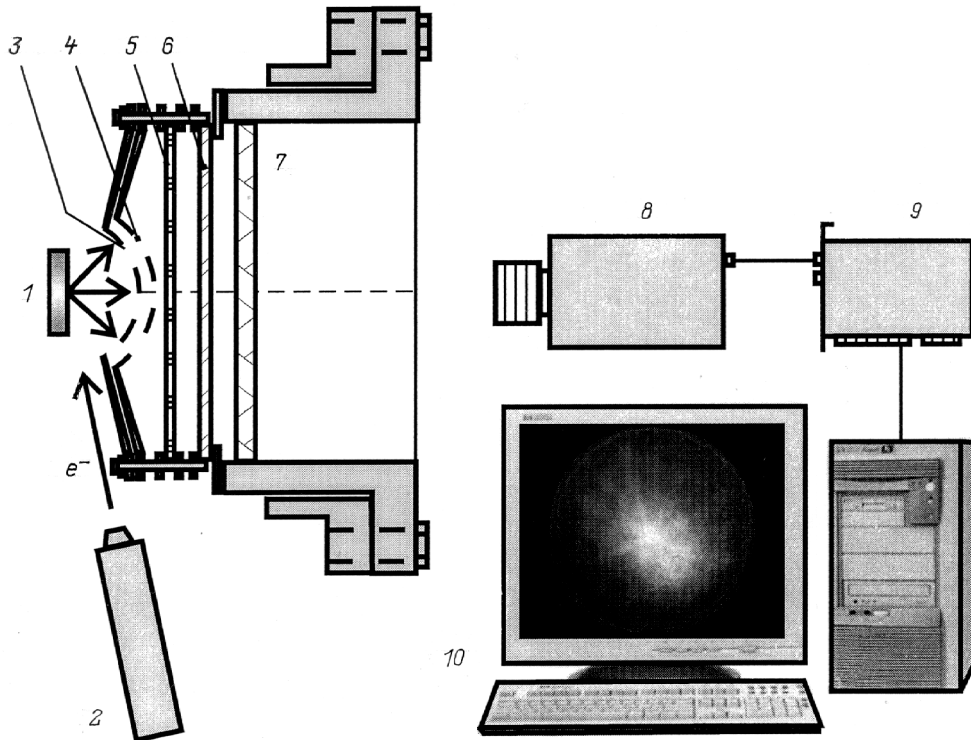


Рис. 1. Схема прибора.

стройки прибора путем совмещения точки падения пучка на мишень с центром электронно-оптической системы.

Падающие на образец электроны интенсивно рассеиваются в твердом теле и частично отражаются от него, испытывая энергетические потери. Получение контрастной дифракционной картины, формируемой лишь быстрыми отраженными электронами, обеспечивается двумя концентрическими полусферическими сетками 3, 4, тормозящее поле между которыми создает барьер для недостаточно быстрых электронов. При этом первая сетка 3, заземляемая совместно с мишенью, служит для создания бесполевого пространства вокруг образца (позволяя тем самым создать условия для торможения электронов из точечного источника по полным скоростям), а на вторую сетку 4 подается задерживающий потенциал, близкий к напряжению катода электронной пушки. Поскольку поток электронов, способных преодолеть приложенное тормозящее поле, мал (полный коэффициент отражения этих электронов от поверхности образца не превышает нескольких процентов), то возникает необходимость усиления регистрируемого сигнала. Эта задача решается с помощью микроканального усилителя яркости 5, помещенного за тормозящей сеткой. Используемая микроканальная пластина типа МКП 56-15 имеет диаметр 56 мм и обладает коэффициентом усиления, достигающим 10^4 при напряжении питания, не превышающем 1100 В. Усиленный поток электронов ускоряется напряжением 4 кВ, приложенным между выходом микроканальной пластины и люминесцентным экраном 6, и, бомбардируя его,

вызывает свечение люминофора, позволяющее наблюдать дифракционную картину через окно 7 вакуумной камеры.

Сравнительно небольшой размер микроканальной пластины накладывает жесткие ограничения на сеточную систему, габариты которой приходится уменьшать (по сравнению со стандартными электронографами) для сохранения возможности широкоугольной регистрации кичуки-картин. Поэтому разработке сеточного узла было уделено особое внимание. Оптимальной оказалась конструкция с сетками радиусами 12,5 и 15 мм, позволяющая наблюдать искомые картины в области полярных углов эмиссии электронов до 57° . Следует также отметить, что в данном случае в отличие от упомянутых выше приборов в центре экрана не возникает мертвая зона, вызванная его затенением электронной пушкой. Миниатюрные сетки изготавливались из молибденового полотна с прозрачностью 85% и размером ячейки 0,17 мм. Для фиксации их формы они зажимались между специальными оправками и отжигались в атмосфере инертного газа. Такая методика позволила уменьшить отклонения сеток от сферичности до 0,05 мм. Вся электронно-оптическая система изготовлена из материалов, пригодных для использования в условиях сверхвысокого вакуума. Она достаточно малогабаритна и собрана на фланце Ду100, в центре которого имеется оптическое окно диаметром 60 мм, а по периметру — микрофланцы с электрическими вводами для подачи питающих напряжений.

При испытаниях прибора его вакуумные узлы монтировались в цельнометаллической камере электронного спектрометра для комплексного исследования поверхности твердого тела. Спектрометр оснащен безмасляной системой откачки, обеспечивающей получение сверхвысокого вакуума ($1 \cdot 10^{-8}$ Па), и шлюзовой камерой для быстрой загрузки образцов. С помощью передаточного устройства исследуемый образец перемещается в аналитическую камеру, где фиксируется на прецизионном манипуляторе с тремя поступательными и одной вращательной степенями свободы. Манипулятор позволяет устанавливать образец в различные рабочие положения, в которых можно проводить очистку его поверхности путем высокотемпературного прогрева и ионного травления, контролировать элементный состав и атомную структуру поверхности методами оже-спектроскопии и дифракции медленных электронов. С помощью этого же манипулятора можно поместить исследуемый образец и в фокус электронно-оптической системы прибора для визуализации строения приповерхностных слоев.

Картина, высвечивающаяся на люминесцентном экране при облучении образца электронами, регистрируется видеокамерой (8), установленной вблизи окна вакуумной установки. Бескорпусная CCD камера IS101 B/W/V фирмы Sharp позволяет получать в телевизионном стандарте черно-белое изображение с пространственным разрешением 512×582 элемента. Она может также работать в режиме накопления информации путем увеличения времени экспозиции в 2^n раз, где $n < 8$, что помогает повысить яркость слабых картин, не прибегая к увеличению тока первичных электронов. С камеры видеосигнал поступает на плату 9 оцифровки видеоизображения Cirrus Logic PV-CL5446P+, которая в режиме реального времени выводит его на монитор 10 персонального компьютера IBM PC. Кроме того, имеется возможность записи отдельных кадров кичучи-картин на жесткий диск в 24-битовом bmp-формате. В этом графическом формате полученные изображения становятся доступными для обработки с помощью стандартных программных приложений для IBM совместимых компьютеров.

Для извлечения структурной информации из кичучи-картин была разработана специальная программа ОПР-2М. Программа адаптирована к среде Windows'95 и позволяет преобразовывать визуальные изображения картин графического формата в числовые файлы двумерных распределений интенсивности отражения электронов по полярному и азимутальному углам вылета; выводить полученные распределения на дисплей компьютера в графическом виде с использованием различных кристаллографических проекций (при этом отображение интенсивности разных точек картины на экране производится с помощью линейной шкалы серых оттенков), определить пространственную ориентацию максимумов фокусировки; проводить разнообразные преобразования указанных двумерных распределений, включая их нормировку на различные функции полярного угла и усредненные по азимуту значения интенсивности для разных

полярных углов, получать разностные кичучи-картины, осуществлять повороты картин вокруг произвольных направлений; количественно сопоставлять картины от разных объектов, а также сравнивать их с результатами модельных расчетов, используя аппарат факторов надежности и другие средства.

В качестве тест-объекта для проверки прибора был выбран монокристалл Mo(100), так как атомное строение поверхности этого материала хорошо известно, а наблюдаемые для него кичучи-картины подробно проанализированы в наших более ранних работах. Данные, полученные для монокристалла с атомно-чистой поверхностью, иллюстрируются рис. 2. Типичный видеокадр с кичучи-картиной (в том виде, в каком она появляется на экране) показан на рис. 2, а. Регистрация картины была проведена в условиях, когда энергия первичных электронов равнялась 2 keV, ток пучка составлял $0.1 \mu\text{A}$, а напряжения, подаваемые на задерживающую сетку и для питания микроканальной пластины, были равны соответственно 1.8 и 0.9 kV. Дифракционная картина имеет вид упорядоченной системы светлых пятен на темном фоне. Их взаимное положение отражает пространственную ориентацию различных плотноупакованных рядов атомов исследуемого образца. Поэтому симметрия кичучи-картины соответствует симметрии грани (100) объемноцентрированного кристалла молибдена. Это хорошо видно в средней части изображения, создаваемого электронами, вылетающими из образца под небольшими полярными углами ($\theta < 30^\circ$). В частности, здесь имеется характерная крестообразная область усиления отражения электронов вдоль двух пар пересекающихся плоскостей $\{100\}$ и $\{110\}$ кристалла. При этом светлое пятно в точке их пересечения визуализует цепочки атомов молибдена вдоль перпендикулярного поверхности направления $\langle 100 \rangle$. Небольшое смещение этого направления от центра экрана вызвано тем, что при установке образца в прибор его поверхность оказалась не перпендикулярной электронно-оптической оси системы.

Для идентификации особенностей картины, связанных с другими плотноупакованными рядами атомов, требуется знание взаимной ориентации всех наблюдаемых максимумов. Чтобы получить такую информацию, нужно преобразовать данные рис. 2, а, представив кичучи-картину в виде двумерной карты пространственного распределения интенсивности отражения электронов по полярному и азимутальному углам вылета. Как отмечалось выше, решение этой задачи обеспечивается специальной программой ОПР-2М. При этом также целесообразно устранить мешающий целостному восприятию картины заметный спад интенсивности свечения экрана от центра изображения к краю, вызванный тем, что микроканальная пластина имеет плоскую, а не сферическую поверхность, и симметризовать кривые. Для этого обычно используется нормировка каждого азимутального скана распределения на среднее значение его интенсивности [5]. Результат обработки данных рис. 2, а показан на рис. 2, б, где искомое распределение представлено в

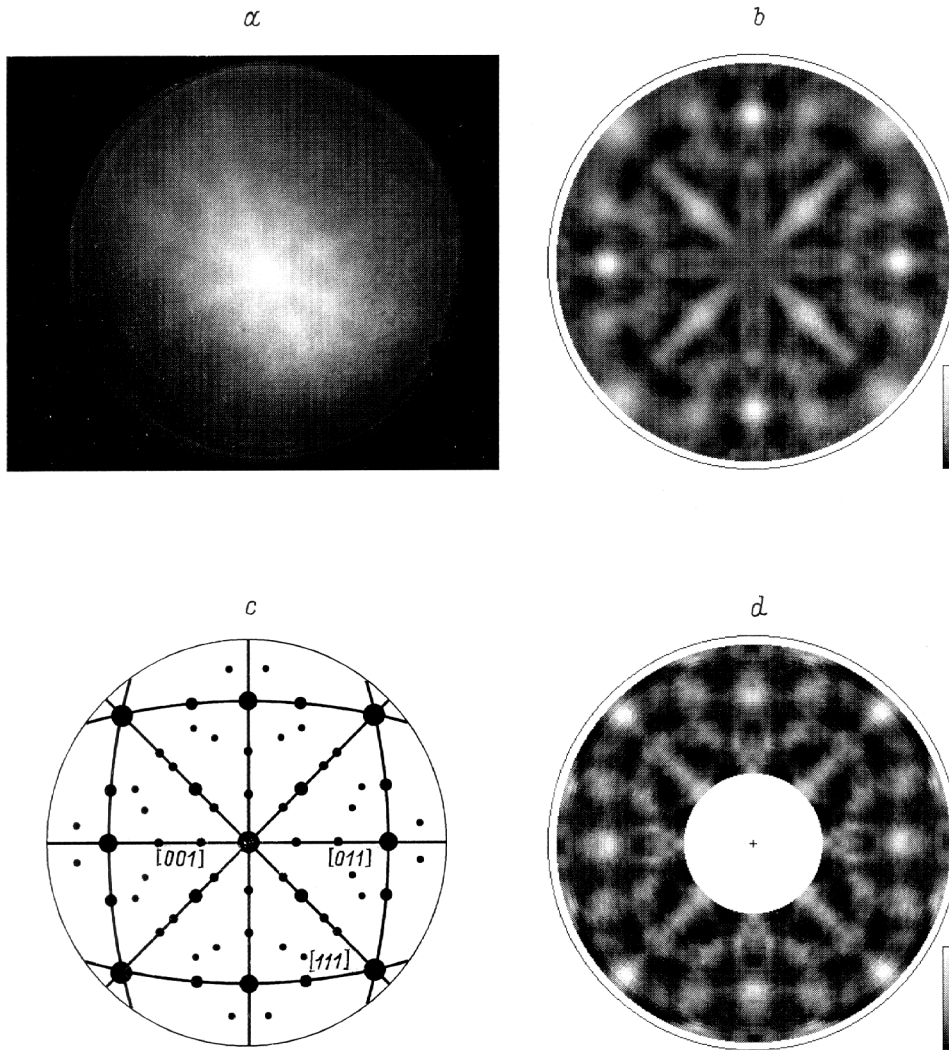


Рис. 2. *a* — видеокادر, содержащий кичу-кичу-картину монокристалла Mo(100), полученную при энергии первичных электронов $E_p = 2\text{keV}$; *b* — та же картина, представленная в виде двумерной карты распределения интенсивности отражения электронов по полярному и азимутальному углам вылета электронов (светлые пятна в распределении показывают в реальном пространстве ориентацию плотноупакованных цепочек атомов молибдена); *c* — стереографическая проекция грани Mo(100) с обозначением плотноупакованных плоскостей $\{100\}$ и $\{110\}$ кристалла; *d* — двумерное распределение интенсивности отражения электронов от Mo(100), полученное обычным методом с использованием узкоапертурного энергоанализатора [8].

стереографической проекции. Интенсивность отражения электронов изображена с помощью линейной шкалы серых оттенков, приведенной в правой части рисунка, причем наиболее интенсивная часть распределения показана белым цветом, а область наименьшего отражения электронов — черным. Центр карты соответствует вылету электронов вдоль оси $\langle 100 \rangle$ кристалла (на рис. 2, *b* максимум фокусировки при $\theta = 0$ не виден из-за нормировки данных), а внешняя окружность отмечает край распределения при полярном угле эмиссии 60° .

Полученную двумерную карту можно теперь сопоставить со стандартной стереографической проекцией грани (100) кубического кристалла, которая показывает взаимную ориентацию основных кристаллографических направлений в монокристаллическом молибдене.

Заметим, что, поскольку релаксация поверхности этого материала невелика, атомная структура поверхностных слоев совпадает с объемной. Для наглядности сравнения указанная проекция представлена на рис. 2, *c*. Видно, что данные рисунков 2, *b* и *c* очень хорошо соответствуют друг другу. В частности, наиболее интенсивные максимумы наблюдаемой картины совпадают с проекциями направлений $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, вдоль которых ориентированы самые плотноупакованные цепочки атомов объемноцентрированного кристалла молибдена. Кроме того, отчетливо видны области усиления интенсивности картины вдоль проекций плоскостей $\{100\}$ и $\{110\}$, в которых лежит много других, более редких цепочек атомов, наиболее важные из которых показаны на рис. 2, *c* черными точками (их размер пропорционален

плотности упаковки атомов). Минимумы же картины, наоборот, соответствуют направлениям вылета электронов, наиболее удаленным от указанных выше ориентаций. Таким образом, картина, показанная на рис. 2*b*, действительно визуализирует в реальном пространстве атомное строение приповерхностной области монокристалла молибдена.

Толщина слоя, исследуемого с помощью описанного прибора, зависит от энергии падающих и регистрируемых электронов. Чем выше энергия первичных электронов и больше энергетические потери, испытываемые регистрируемыми электронами, тем больше глубина анализа. Поэтому, варьируя напряжение задержки и напряжение, ускоряющее первичные электроны, можно контролировать зондируемую глубину. Самый тонкий приповерхностный слой анализируется в случае регистрации квазиупруго отраженных электронов [6]. Его толщина $d \approx \lambda \cos \theta_i / (1 + \cos \theta_i)$, где θ_i — полярный угол падения первичного пучка; λ — средняя длина свободного пробега электронов до неупругого рассеяния, составляющая при энергии $E_p = 2 \text{ keV}$ примерно 20–30 Å. Толщина слоя, ответственного за формирование кикучи-картины, показанной на рис. 2, *b*, составляет примерно 15 Å.

Надежность данных, получаемых с помощью описанного прибора, подтверждается тем, что все особенности представленного распределения хорошо соответствуют кикучи-картине, полученной ранее для этого же образца с помощью узкоапертурного энергоанализатора. Это наглядно видно из сравнения данных рис. 2, *b* и *c*, на последнем из которых приведена кикучи-картина для Mo(100) из работы [8], также измеренная при $E_p = 2 \text{ keV}$. Достоинством описанного прибора является возможность наблюдения важной области вблизи нормали к поверхности исследуемого образца, где на рис. 2, *d* имеется мертвая зона. Это позволяет однозначно определять симметрию картины даже в случае таких сложных объектов исследования, как системы с адсорбционными покрытиями. Поэтому прибор особенно удобен для изучения поверхностных процессов, сопровождающихся изменением симметрии поверхностных слоев, включая рекристаллизацию поверхности и фазовые переходы. При этом быстрая система регистрации, способная обеспечить получение данных со скоростью до 50 изображений в секунду, позволяет во многих случаях проследить за динамикой изучаемого процесса, а малый ток пучка первичных электронов (0.1 μA) сводит к минимуму искажающее влияние электронного облучения на исследуемые объекты.

Работа выполнена в рамках проекта № 96-02-16909 Российского фонда фундаментальных исследований при поддержке Министерства науки РФ (Программа "Поверхностные атомные структуры", проект № 95-1.21).

Список литературы

- [1] *Egelhoff W.F., Jr.* // Crit. Rev. Sol. St. Mater. Sci. 1990. Vol. 16. N 3. P. 213–235.
- [2] *Erbudak M., Hochstrasser M., Wetli E.* // Modern Phys. Lett. 1994. Vol. B8. N 28. P. 1759–1769.
- [3] *Hochstrasser M.H., Erbudak M., Atrei A., Wetli E.* // Phys. Low-Dim. Struct. 1995. Vol. 10/11. P. 325–337.
- [4] *Гомоюнова М.В., Пронин И.И., Фараджев Н.С.* и др. // ФТТ. 1994. Т. 36. № 8. С. 2295–2301.
- [5] *Гомоюнова М.В., Пронин И.И., Фараджев Н.С.* // ЖЭТФ. 1996. Т. 110. № 1(7). С. 311–321.
- [6] *Faradzhev N.S., Gomyunova M.V., Pronin I.I.* // Phys. Low-Dim. Struct. 1997. Vol. 3/4. P. 93–112.
- [7] *Kono S.* // Surf. Sci. 1993. Vol. 298. P. 362.
- [8] *Фараджев Н.С., Гомоюнова М.В., Пронин И.И.* // Поверхность. 1997. № 6. С. 117–121.