

ОБЩАЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ТЕХНИКА

УДК:681.385;833

АППАРАТНАЯ ФУНКЦИЯ ОТКЛИКА ДЕТЕКТОРА ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ И КОНТРАСТ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ОБРАЗЦОВ В СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2024 г. Э. И. Рау^{а,*}, С. В. Зайцев^{а,**}

^аМосковский государственный университет им. М.В. Ломоносова

Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, 1, с.2

**e-mail: rau@phys.msu.ru*

***e-mail: zai336@mail.ru*

Поступила в редакцию 05.10.2023 г.

После доработки 17.10.2023 г.

Принята к публикации 29.11.2023 г.

Приводятся формулы для расчета коэффициента отражения обратно рассеянных электронов в зависимости от материала (атомного номера Z), т.е. химического состава образца, и энергии первичных облучающих электронов E_B . Приводится расчет детектируемого сигнала обратно рассеянных электронов в зависимости от Z , E_B и функции отклика F полупроводниковых детекторов и детекторов на основе микроканальных пластин. Результаты расчетов сравниваются с результатами экспериментальных измерений. Проведен сравнительный анализ контраста изображений состава образцов, получаемого для различных типов детекторов при различных E_B .

1. ВВЕДЕНИЕ

Все современные коммерческие сканирующие электронные микроскопы (СЭМ) снабжены детекторами отраженных электронов (ОЭ). Эти детекторы могут быть как полупроводниковыми, так и сцинтилляционными, используются также детекторы на основе микроканальных пластин (МКП). Более популярны и наиболее

широко распространены полупроводниковые детекторы, представляющие собой пластины кремния с планарным $p-n$ -переходом. Их фронтальная часть, как правило, разбита на 2 или 4 сектора. Разность сигналов с противоположных относительно оптической оси СЭМ секторов дает топографический контраст, а сумма сигналов – материальный контраст химического состава образца [1]. Вопросам контраста состава образца посвящено большое число публикаций, но отсутствует системный анализ всех аспектов явления обратного рассеяния электронов, учет аппаратной функции отклика детектора. Однако последний фактор играет большую роль при формировании сигнала ОЭ, особенно при работе СЭМ в низковольтном режиме ($E_B < 5$ кэВ). Немногочисленные публикации по определению и учету функции отклика F носят отрывочный фрагментарный характер и не дают полного представления о влиянии этой функции на детектируемый сигнал и на контраст изображений [2–8]. В частности, ошибочно принимают значение энергии отсечки детектора для моноэнергетических электронов, эквивалентным случаю облучения детектора пучком электронов с широким энергетическим распределением. Напомним, что энергия отсечки E_{th} обусловлена так называемым мертвым слоем детектора (dead layer) с толщиной, равной толщине фронтального слоя $p-n$ -перехода кристалла Si. Попытка учесть этот фактор в работе [6] дает довольно большие погрешности. Поэтому одной из целей настоящей работы является детальное изучение влияния функции отклика на получаемый экспериментальный сигнал в режиме ОЭ. С учетом этого влияния будет оценен контраст состава образца в зависимости от энергии E_B и атомного номера Z составляющих элементов. Полученные в настоящей работе результаты призваны облегчить пользователям СЭМ интерпретацию контраста изображений.

2. РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТА ОТРАЖЕНИЯ ЭЛЕКТРОНОВ КАК ФУНКЦИИ АТОМНОГО НОМЕРА МАТЕРИАЛА ОБРАЗЦА Z И ЭНЕРГИИ ПЕРВИЧНЫХ ЭЛЕКТРОНОВ E_B

При работе SEM в режиме ОЭ определяющим параметром является коэффициент отражения электронов η . Он определяется в большом количестве работ, но до сих пор нет завершенной картины в этой области. Так, приводимое в статье [9] выражение

$$\eta_0 = 2^{-9/\sqrt{Z}} = \exp(-6.24Z^{-0.5}) \quad (1)$$

не учитывает зависимости от энергии первичных электронов E_B . В работе [10] эта зависимость учтена, но только в области энергии $E_B > 5$ кэВ. Наиболее универсальная формула приведена в работе [11], но в ней присутствует следующий недостаток: в районе средних значений Z функция $\eta(E_B)$ немонотонна, а в области малых значений E_B она дает ошибочные результаты. Чтобы устранить указанные недостатки, в настоящей работе предложено новое эмпирическое выражение для η :

$$\eta = \eta_0 \left[\frac{1 + \ln\left(\frac{Z}{35}\right)^{0.5} (1 + 0.16 \ln E_B^{0.666})}{1 + \ln\left(\frac{Z}{35}\right)^{0.5} (1 + 0.16 \ln 10^{0.666})} \right] = \eta_0 \left[\frac{1 + \ln\left(\frac{Z}{35}\right)^{0.5} (1 + 0.16 \ln E_B^{0.666})}{1 + 1.245 \ln\left(\frac{Z}{35}\right)^{0.5}} \right]. \quad (2)$$

Значение η_0 в формулах (1) и (2) следует трансформировать в согласии с экспериментальными значениями $\eta_0(10 \text{ кэВ})$ [1, 12] следующим образом:

$$\eta_0 = \exp(-6.4Z^{-0.5}). \quad (3)$$

Здесь учитывается, что $\eta(E_B)$ – возрастающая функция при $Z > 35$, убывающая при $Z < 35$ и не зависит от E_B при $Z \approx 35$ [12]. Рассчитанные по соотношению (2) графики для ряда химических элементов приведены на рис. 1.

Рис. 1

Из рис. 1а следует, что в области малых значений Z различие в величине $\eta(E_B)$ очень велико (в 2 раза). На рис. 2б видно, что в окрестности $Z=35$ величина η не зависит от E_B , а расчетные и экспериментальные значения разнятся не более, чем на 5%.

Рис. 2

Зная коэффициент отражения η , легко определить среднюю энергию обратно рассеянных электронов. Для этого воспользуемся уточненной формулой, приведенной в работе [13]:

$$\frac{\langle E \rangle}{E_B} = 0.5(1 + 1.25\eta), \quad (4)$$

которая хорошо удовлетворяет экспериментальным значениям [1, 12].

3. РАСЧЕТ ФУНКЦИИ ОТКЛИКА ДЕТЕКТОРА И СИГНАЛА ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В СЭМ

В основе настоящих расчетов лежит известная формула для сигнала наведенного тока, возникающего на планарном p - n -переходе при его облучении моноэнергетическим пучком электронов с величиной тока I_B и энергией первичных электронов E_B [1]:

$$I_{\beta} = I_B \left(\frac{E_B}{E_i} \right) \left[(1 - \eta_{Si}) \left(1 - \frac{E_{th}}{E_B} \right) \right], \quad (5)$$

где E_i – энергия генерации электронно-дырочных пар в полупроводниковом кристалле. В частности, в Si-кристалле $E_i = 3.62$ эВ. E_{th} в формуле (5) обозначает энергию отсечки электронов, при которой $I_{\beta}=0$, $E_{th}=E_B$. Наличие E_{th} обусловлено тем обстоятельством, что генерируемые носители заряда в фронтальной заземленной части p - n -перехода не вносят вклада в сигнал, регистрируемый с базовой области кристалла. Кроме того, во фронтальной части кристалла толщиной t происходит потеря энергии E_B , что дает суммарное уменьшение сигнала I_S на величину $(1-E_{th}/E_B)$. Для типичных коммерческих детекторов ОЭ в СЭМ $E_{th}=0.75$ кэВ, что соответствует толщине фронтального слоя p - n -перехода $t = 21$ нм. Сомножитель $(1 - \eta_{Si})$ в квадратных скобках формулы (5), отвечающий за долю отраженных от Si-детектора ($\eta_D=\eta_{Si}$) электронов, вычисляется по формуле (2).

Ситуация значительно усложняется, когда на детектор падает поток обратно рассеянных электронов, имеющих распределение по энергиям. В этом случае формула (5) трансформируется, приобретая вид

$$I_S = I_B \eta_S \Omega \left(\frac{E_r}{E_i} \right) \left[(1 - \eta_{Si}) \left(1 - \frac{E_{th}}{E_r} \right) \right]. \quad (6)$$

Здесь E_r есть средняя энергия потока ОЭ от материала образца с атомным номером Z . Она выражается через коэффициент отражения обратных электронов, но с учетом того, что не все ОЭ попадают на детектор. Это демонстрируется на рис. 2, где условно (не в масштабе) приводится схема детектирования ОЭ в СЭМ.

Исходный пучок первичных электронов с током I_B и энергией E_B облучает образец Sp. На детектор D попадает только та часть электронов, которая движется в пределах телесного угла $\Delta\Omega$, ограниченного двумя конусами с растворами углов Ω_1 и Ω_2 . Эти углы, в свою очередь, определяются расстоянием H от образца до детектора и радиусами r_1 и r_2 рабочих поверхностей детектора. В наших экспериментах $r_1=2$ мм, $r_2=10$ мм, $H=15$ мм, что типично для стандартных СЭМ. В итоге $\Omega_1=0.06$ ср, $\Omega_2=1.07$ ср. С учетом косинусного распределения ОЭ по углам вылета несложные вычисления показывают, что долю регистрируемых ОЭ можно выразить эффективным коэффициентом

$$\eta_r = \eta (\cos 2\theta_1 - \cos 2\theta_2) = 0.6\eta, \quad (7)$$

где η определяется формулой (2). Среднее значение отраженной энергии E_S определяется по эмпирической формуле:

$$\varepsilon = E_S/E_B = 0.5[1 + 1.25\eta_r] = 0.5[1 + 0.75\eta_s]. \quad (8)$$

Это выражение взято по аналогии с приведенным в работе [13], но откорректировано с учетом экспериментальных значений [1]. Входящий в основное уравнение (6) член $E_{th}(Z)$ определяется следующим образом. Если при облучении детектора моноэнергетическим пучком сигнал $I_\beta = 0$ при $E_B = E_{th} = 0.75$ кэВ, то при облучении детектора ОЭ сигнал $I_S = 0$ при $E_{th} = 0.75/E_r$, где E_S – средняя энергия ОЭ при реперной энергии $E_B = 1$ кэВ. Эта энергия находится по формуле (8). Результаты расчетов сигнала $I_S = f(E_B)$ по формуле (6) для ряда элементов приводятся на рис. 3.

Рис. 3

Из пересечений графиков с осью энергий E_B видно, что $E_{th} > 0.75$ эВ, и эта величина зависит от материала образца. Рассчитанные зависимости функции отклика $F = [(1 - \eta_D(E_S))(1 - E_{th}/E_S)]$ приводятся на рис. 4. Там же даны аппаратные характеристики МКП-детекторов, сигнал с которых описывается выражением

$$I_M = I_\beta \eta_r M E_S^{-0.333}, \quad (9)$$

Рис. 4

где M – коэффициент усиления МКП. Графики на рис. 4 получены при $I_\beta = 1.2 \cdot 10^{-2}$ нА, $M = 10^5$.

Из представленных характеристик видно, какое большое влияние оказывает функция F на сигнал I_S , а тем самым и на контраст изображений [14–16].

4. КОНТРАСТ МАТЕРИАЛЬНОГО СОСТАВА ОБРАЗЦОВ В РЕЖИМЕ ОТРАЖЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

Рассмотрим контраст изображений $C(Z, E_B)$ как функцию атомного номера Z и энергии первичных электронов E_B . Анализ проведем для трех случаев.

1. Учет только коэффициента отражения η_s или η_r , что довольно часто употребляется в литературе:

$$C_1 = \frac{\eta_1(Z_1, E_B) - \eta_2(Z_2, E_B)}{\eta_1(Z_1, E_B)}. \quad (10)$$

Здесь η_1 и η_2 – коэффициенты отражения от элементов с атомными номерами $Z_1 > Z_2$.

2. Контраст

$$C_2(I_{S1}, I_{S2}) = \frac{I_{S1} - I_{S2}}{I_{S1}}, \quad (11)$$

определяемый из детектируемых сигналов I_S для элементов Z_1 и Z_2 по формуле (6).

3. Контраст, получаемый при использовании МКП-детектора:

$$C_3 = \frac{I_M(Z_1, E_B) - I_M(Z_2, E_B)}{I_M(Z_1, E_B)}. \quad (12)$$

Табл. 1

Результаты расчета контраста для всех трех случаев представлены в табл. 1.

Их анализ приводит к ряду интересных практически важных выводов. Первое – для всех Z контраст слегка возрастает с ростом энергии. При энергии первичных электронов $E_B > 10$ кэВ контраст зависит от E_B слабо, так как влияние функции отклика F на величину сигнала I_S в этом случае незначительно. Второе – контраст выражен более ярко для образцов, имеющих в составе элементы с более низким атомным номером Z . Третье – во всех сочетаниях наименьший контраст от состава образца (Z -контраст) получается при использовании МКП-детектора. Но в последнем случае можно проводить эксперименты при более щадящих дозах облучения (на 2–3 порядка меньших по сравнению с Si-детектором) и при меньших энергиях E_B , так как у МКП-детектора значение E_{th} близко к 0.

Чтобы уверенно различать контраст $C > 2\%$ от любых соседних элементов, например от элементов с $Z=13$ и $Z=14$ или с $Z=78$ и $Z=79$, необходимо провести калибровку шкалы серого экрана СЭМ [17, 18].

5. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Функция отклика детектора ОЭ играет большую роль в формировании сигнала и контраста изображений от участков образца, имеющих различный элементный состав. Функция отклика для случая детектирования ОЭ сильно отличается от случая облучения моноэнергетическим пучком электронов. Это различие обусловлено спектральным распределением ОЭ. МКП-детекторы менее чувствительны к различиям в составе образца, но они могут работать в щадящем режиме облучения, что важно при исследовании радиационно-чувствительных материалов, например, биомедицинских препаратов. Контраст более чувствителен для разрешения по атомному номеру Z в области легких элементов, чем в области элементов с большим Z . Так, например, если образец содержит Al- и Si-элементы, то контраст от этих участков различается на 10% при детектировании полупроводниковым детектором и на 5% при детектировании МКП-детектором. Учет приведенных результатов призван способствовать лучшему пониманию получаемых изображений операторами и пользователями СЭМ. Дается

практическое руководство для оперативного расчета коэффициента отражения обратно рассеянных электронов и сигнала I_S в СЭМ.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа является частью финансируемой из госбюджета научной темы (номер госрегистрации №1200108676) МГУ.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Reimer L.*, Scanning Electron Microscopy. Physics of Image formation and Microanalysis. 2-d ed. Berlin: Springer, 1998.
2. *Funsten H.O., Suszcynsky D.M., Ritzau S.M., Korde R.* // IEEE Transactions on Nuclear Science. 1997. V. 44(6). P. 2561. <https://doi.org/10.1109/23.650863>
3. *Рау Э.И., Орликовский Н.А., Иванова Е.С.* // Физика и техника полупроводников. 2012. Т. 46(6). С. 829.
4. *Wall B.L., Amsbaugh J.F., Beglarian A., Bergmann T., Bichsel H.C., Bodine L.I., Wilkerson J.F.* // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. 2014. V. 744. P. 73. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2013.12.048>
5. *Зайцев С.В., Купреченко С.Ю., Рау Э.И., Татаринцев А.А.* // ПТЭ. 2015. Т. 6. С. 51. DOI: 10.31857/S0032816223040092
6. *Müller E., Gerthsen D.* // Ultramicroscopy. 2017. V. 173. P. 71. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2016.12.003>
7. *Rau E.I., Karaulov V.Y., Zaitsev S.V.* // Rev. Sci. Instrum. 2019. V. 90(2). P. 023701. <https://doi.org/10.1063/1.5054746>
8. *Chen Z., Hu L., Zhang L., Shen J., Chen C.* // IEEE Transactions on Electron Devices. 2023. V. 70(3). P. 1109. <http://dx.doi.org/10.1109/TED.2023.3236907>
9. *Arnal F., Verdier P., Vincensini P.D.* // Compt. Rend. Acad. Sci. 1969. V. 268. P.1526.
10. *Hunger H.J., Küchler L.* // Phys. Status Solidi (a). 1979. V. 56(1). P. K45. <https://doi.org/10.1002/pssa.2210560157>
11. *Staub P.F.* // J. Physics D: Appl. Phys. 1994. V. 27(7). P.1533. DOI 10.1088/0022-3727/27/7/030
12. *Бронштейн И.М., Фрайман Б.С.* Вторичная электронная эмиссия. Москва: Наука, 1969.
13. *Fitting H.J.* // J. Electron Spectroscopy and Related Phenomena. 2004. V. 136(3). P. 265. <https://doi.org/10.1016/j.elspec.2004.04.003>.

14. Орликовский Н.А., Рау Э.И. // Известия РАН. Серия физическая. 2011. Т. 75. №9. С. 1305.
15. Cazaux J., Kuwano N., Sato K. // Ultramicroscopy. 2013. V. 135. P. 43.
<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2013.06.002>
16. Timisch F., Inoue N. // Ultramicroscopy. 2018. V. 186. P. 82.
<https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2017.12.001>
17. Sercel P.C., Lebens J.A., Vahala K.J. // Rev. Sci. Instrum. 1989. V. 60(12). P. 3775. <https://doi.org/10.1063/1.1140489>
18. Kim H., Negishi T., Kudo M., Takei H., Yasuda K. // J. Electron Microscopy. 2010. V. 59(5). P. 379. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfq012>

Таблица 1.

	$E_0=2\text{кэВ}$	$E_0=3\text{кэВ}$	$E_0=5\text{кэВ}$	$E_0=7\text{кэВ}$	$E_0=10\text{кэВ}$
Cu- Al	$C_1=0.37$ $C_2=0$ $C_3=0$	$C_1=0.398$ $C_2=0.61$ $C_3=0.39$	$C_1=0.43$ $C_2=0.53$ $C_3=0.39$	$C_1=0.45$ $C_2=0.5$ $C_3=0.4$	$C_1=0.45$ $C_2=0.5$ $C_3=0.41$
Au- Cu	$C_1=0.26$ $C_2=0$ $C_3=0.23$	$C_1=0.285$ $C_2=0.59$ $C_3=0.35$	$C_1=0.31$ $C_2=0.43$ $C_3=0.24$	$C_1=0.34$ $C_2=0.43$ $C_3=0.31$	$C_1=0.36$ $C_2=0.46$ $C_3=0.34$
Au- Al	$C_1=0.54$ $C_2=0$ $C_3=0.58$	$C_1=0.57$ $C_2=0.8$ $C_3=0.52$	$C_1=0.6$ $C_2=0.73$ $C_3=0.54$	$C_1=0.62$ $C_2=0.72$ $C_3=0.59$	$C_1=0.63$ $C_2=0.72$ $C_3=0.61$

ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

Рис. 1. а – Коэффициент отражения обратно рассеянных электронов в зависимости от атомного номера Z , рассчитанный по формуле (2) для $E_B=2$ кэВ (кривая 1) и $E_B=20$ кэВ (кривая 2), а также по формуле (3) (кривая 3). **б** – Коэффициент отражения обратно рассеянных электронов в зависимости от энергии E_B для различных элементов Z , расчёт выполнен по формуле (2).

Рис. 2. Схематическое представление геометрии эксперимента при работе СЭМ в режиме детектирования отраженных электронов (ОЭ): S_p – образец, D – полупроводниковый планарный p - n -детектор с толщиной фронтального слоя t .

Рис. 3. Зависимости сигнала I_S от энергии E_B для ряда массивных образцов с атомным номером Z при токе первичных электронов $I_B=1$ нА.

Рис. 4. Нормированные значения функции отклика F в зависимости от энергии E_B для полупроводниковых детекторов и для МКП-детекторов.

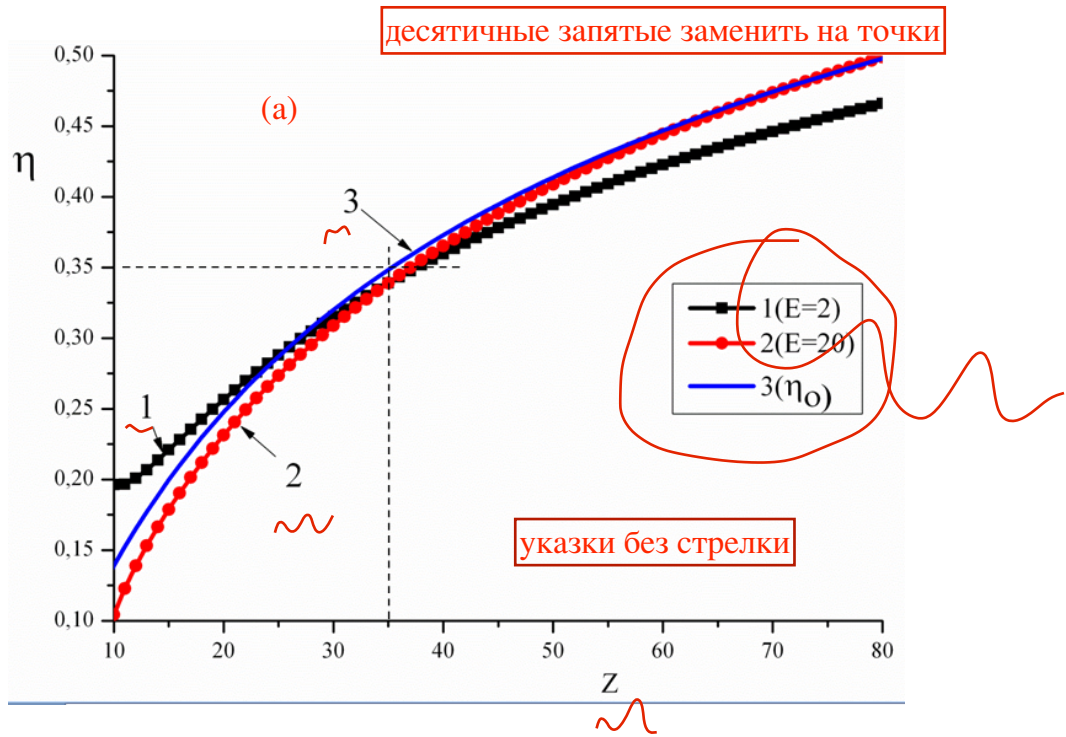


Рис.1а.

десятичные запятые заменить на точки

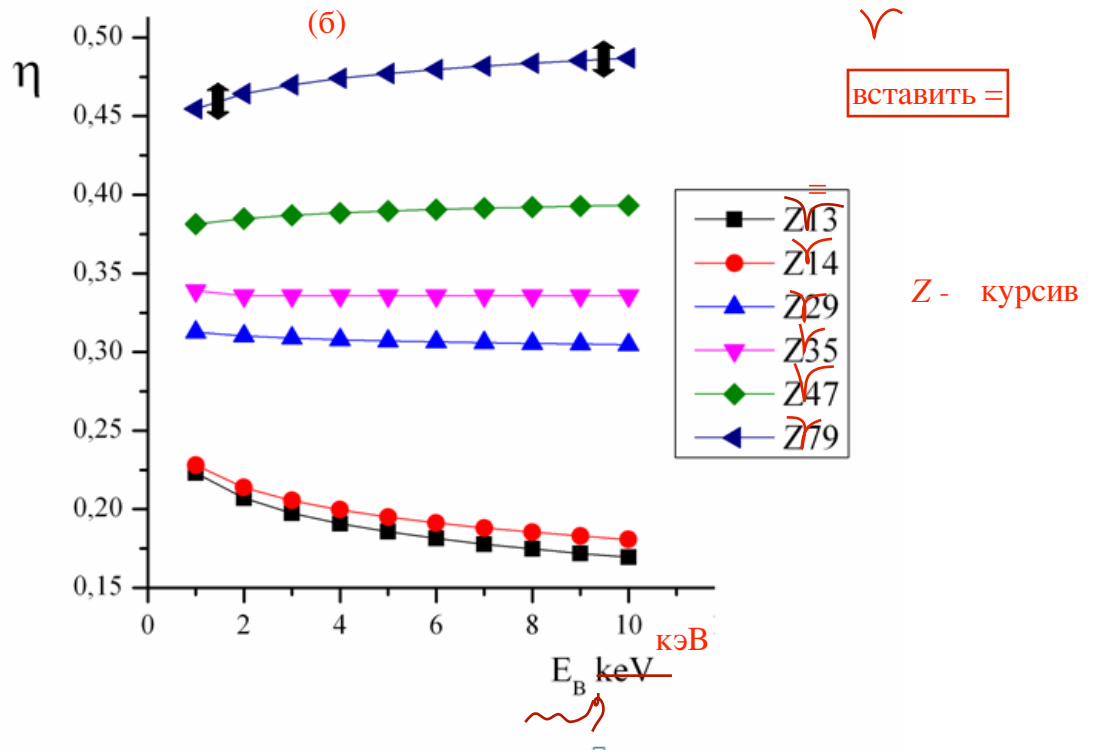


Рис.1б.

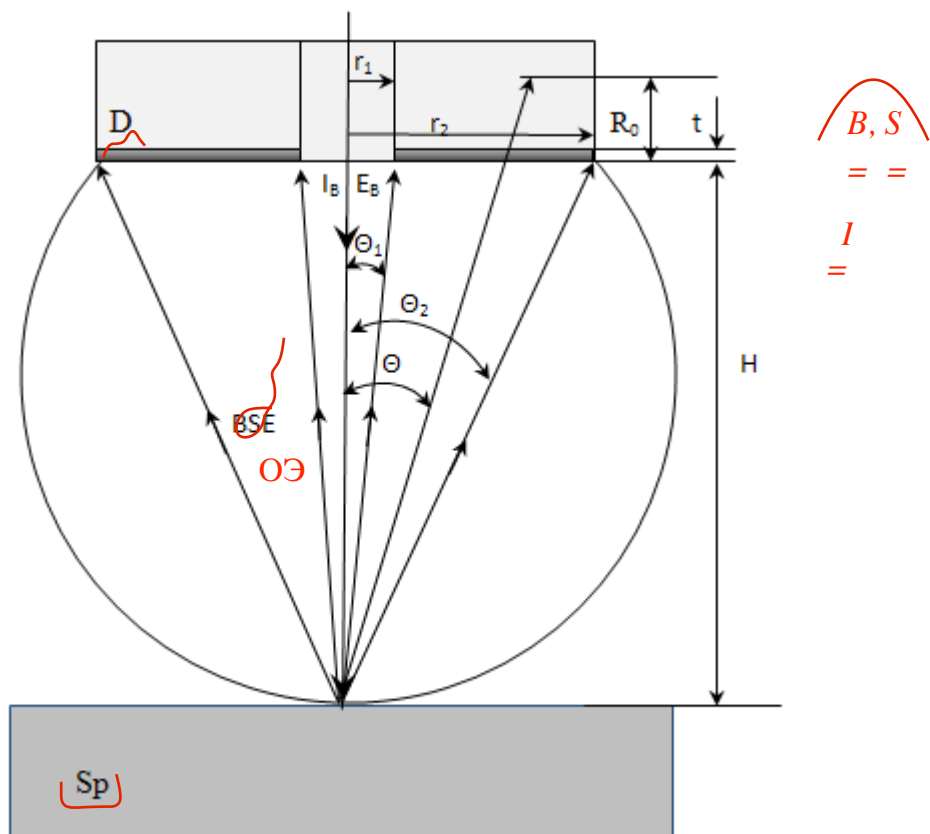


Рис.2.

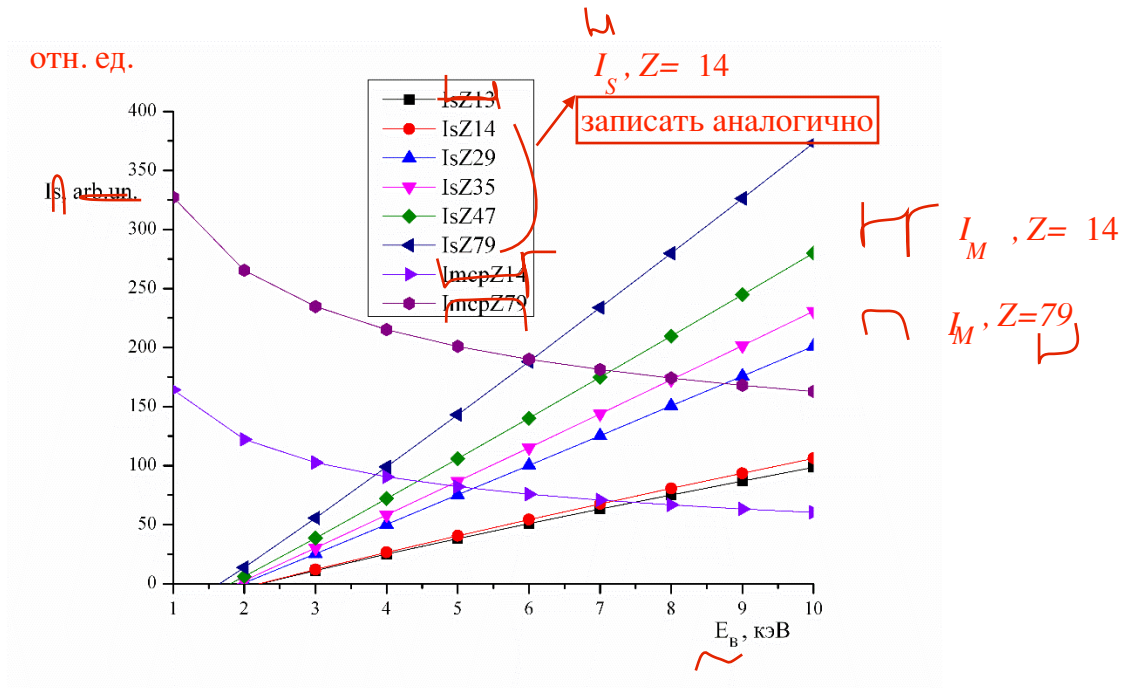


Рис.3.

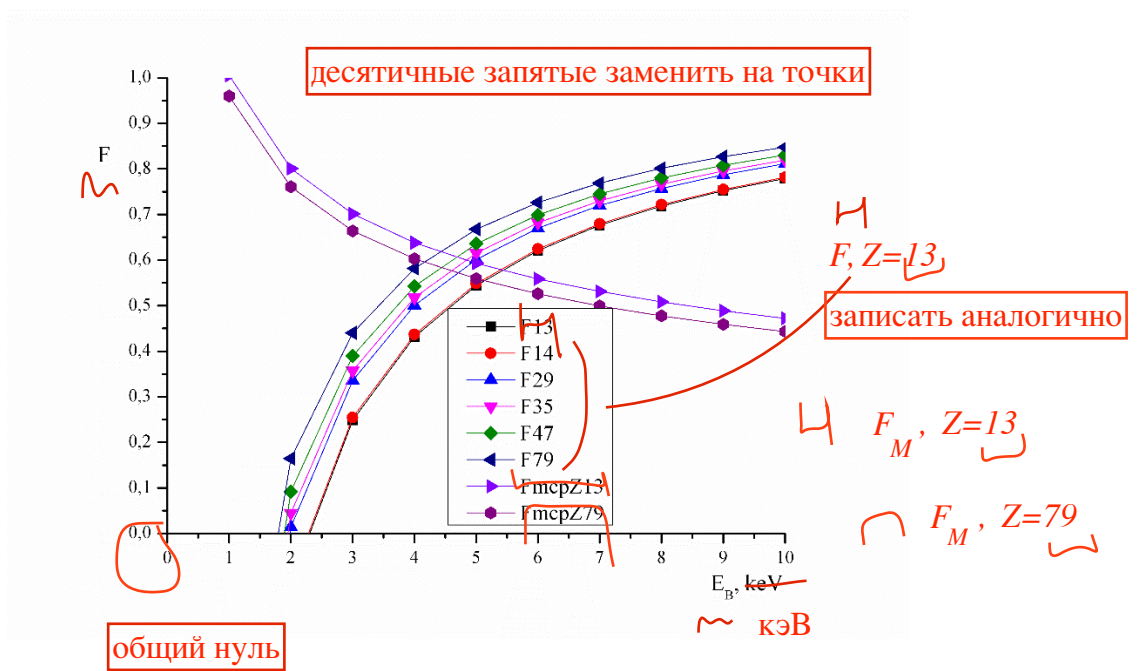


Рис.4.

Для связи с авторами:

Зайцев Сергей Владимирович

E-mail: zai336@mail.ru

Тел.: 8-916-265-02-06 (моб.)

Рау Эдуард Иванович

E-mail: rau@phys.msu.ru

Тел.: 8-916-843-77-28 (моб.)

Для переводчика:

~~HARDWARE RESPONSE FUNCTION OF THE REFLECTED ELECTRON DETECTOR AND CONTRAST OF THE CHEMICAL COMPOSITION OF SAMPLES IN SCANNING ELECTRON MICROSCOPY~~

~~Аннотация:~~

~~Formulas are given for calculating the coefficient of backscattered electrons depending on the material (atomic number Z), i.e. the chemical composition of the sample, and the energy of the primary irradiating electrons E_B . The calculation of the detectable signal of reflected electrons is given depending on Z , E_B and the response function F of semiconductor detectors and detectors based on microchannel plates (MCP). The calculation results are compared with the experimentally measured ones. A comparative analysis of the contrast of images of the composition of samples obtained for different types of detectors at different E_B is carried out. The results of the research are intended to serve practical users and experimenters in scanning electron microscopy.~~

~~Информация о финансировании~~

~~The work is part of the budget funded scientific topic of the Lomonosov Moscow State University~~