

**REM s ultravysokým rozlišením JEOL JSM  
6700F v ÚPT AVČR**



Jiřina Matějková, Antonín Rek,  
ÚPT AVČR, Královopolská 147, 61264 Brno

# **Projekt ÚPT 6351 na r. 2002 - JEOL JSM6700F-**

Cíl: Vybudovat pracoviště se stabilně a spolehlivě pracujícím rastrovacím elektronovým mikroskopem s vysokým rozlišením a využívat tento mikroskop k provádění vědeckých experimentů, při nichž budou ověřovány nové způsoby a metody detekce signálních elektronů.

Současně s tím provozovat tento rastrovací mikroskop tak, aby byl běžně dostupný pro zájemce o pozorování vzorků s vysokým rozlišením a to jak z pracovišť ÚPT, tak i odjinud.

Řešitelé: Jiřina Matějková, Mgr.

Rudolf Autrata, Prof. Ing. DrSc.

Rek Antonín, Ing., Csc.



# JSM-6700F

*Field Emission Scanning Electron Microscope*





# První zkušenosti s přístrojem

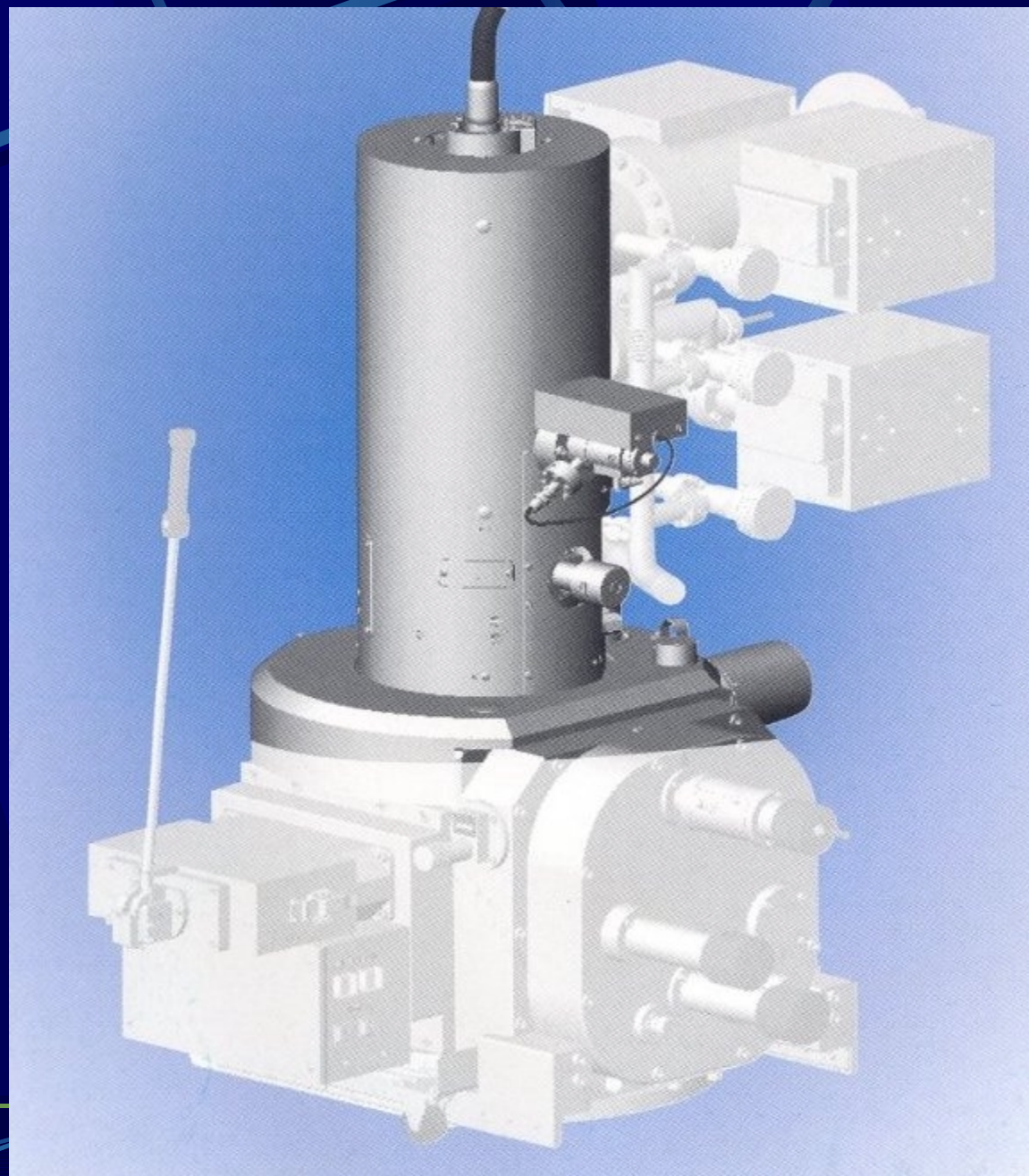
- JSM 6700F je FE REM , tj. rastrovací elektronový mikroskop se studenou „field emission“ katodou. Je to mikroskop s ultravysokým rozlišením, vhodný pro pozorování jemných struktur, nanočástic nebo mnohvrstevných a reliéfních struktur, zhotovených nanotechnologiemi.
- V ÚPT je v experimentálním provozu od začátku roku 2002.
- Na prvních vzorcích byly postupně testovány jeho možnosti a byly získány první poznatky o jeho vlastnostech, zobrazovacích možnostech.
- Od jara 2002 začaly také probíhat dvě větve vědeckých experimentů spojené s podstatnými úpravami v prostoru komory vzorku. Jedná se:
  - a/ o montáž a ověřování vlastností nových detektorů zpětně odražených elektronů / s prof. Autratou/,
  - b/ experimenty se zobrazováním pomalými elektrony / Dr. Mullerova, Dr.Frank /.



# Jaké byly problémy na začátku

- JEOL požaduje mechanické vibrace menší než 0,3  $\mu\text{m}$  při 5 Hz a výše. To není vždy splněno za denního provozu dílen v ústavu, zvláště když běží obráběcí stroje, a to i přesto, že přístroj stojí na samostatném betonovém podstavci, odděleném od podlahy ostatního ústavu.
- Během dne se často výrazně uplatňuje rušení vnějším střídavým magnetickým polem takže práce při nejvyšších zvětšeních nebylo téměř možné za dne provádět. Výrobce požaduje dodržet jako nejvyšší hodnotu rušivého střídavého vnějšího magnetického pole 0,3  $\mu\text{T}$  při 50/60Hz. Hodnoty naměřené v ÚPT jsou během dne několikrát vyšší.
- Teplota na pracovišti bez klimatizace dosahovala často koncem jara a začátkem léta až třiceti jedna stupňů Celsia, což mohlo vést k problémům např. s elektronikou, protože výrobcem předepsaná teplota místnosti kde přístroj pracuje je mezi 15 až 25 stupni.
- Přístroj byl zakoupen bez příslušenství k měření vakua v pracovní komoře, což by umožňovalo operátorovi kontrolu vakua při práci se vzorkem. Navíc je měrka v komoře spojena s řízením vakuového systému, což podstatně urychluje práci při výměně vzorku. To ale nebylo předem známo.

# Vnější vzhled –opt. soustava

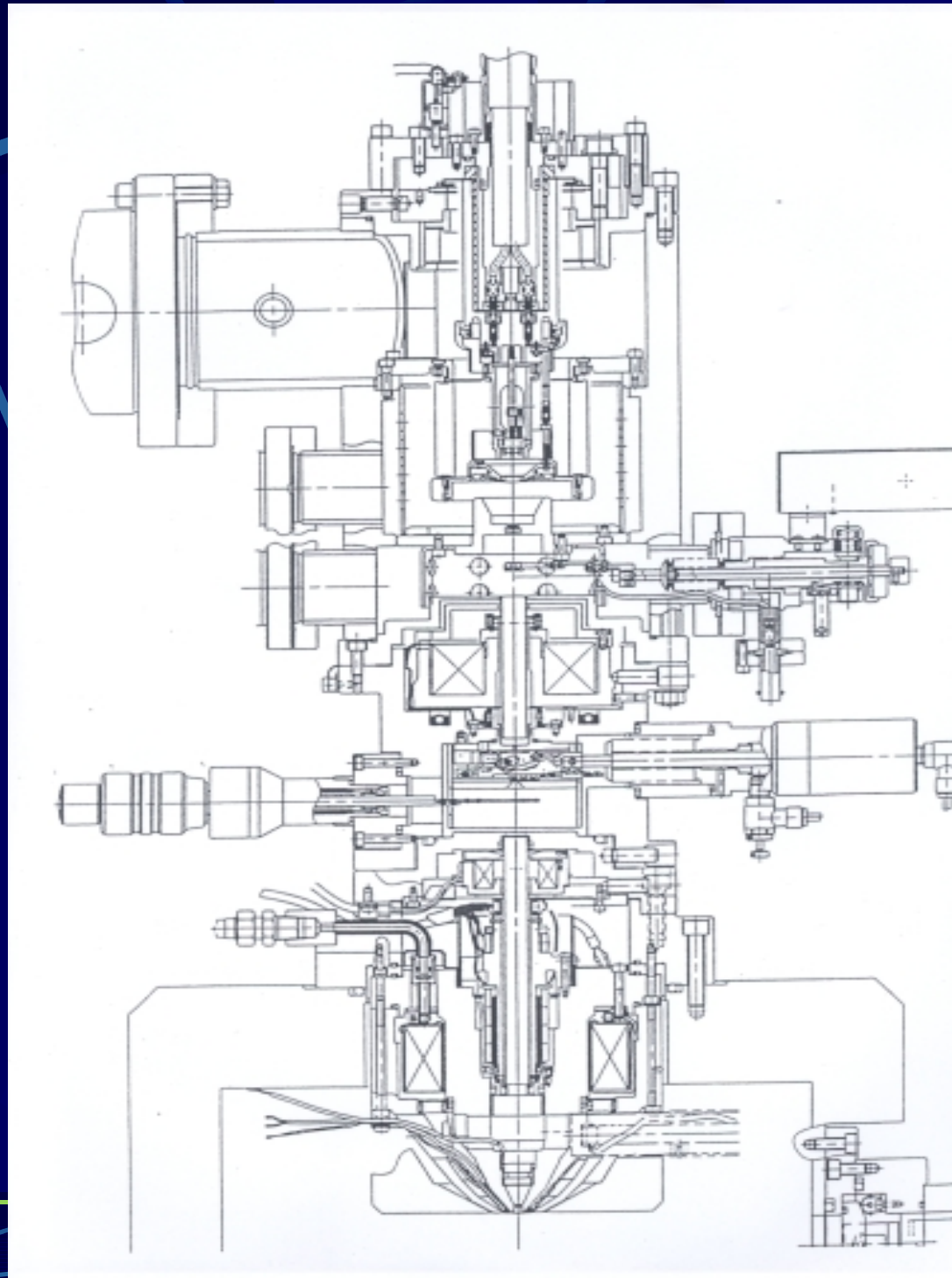


## Nová studená katoda- CFEG

- Spojení originální kónické elektronové trysky vyvinuté fy JEOL s digitálně řízeným systémem čoček minimalizuje nutnost seřízení operátorem a umožňuje automatické nastavení optické soustavy tak, aby elektronový svazek byl optimální při všech urychlovacích napětích a proudech svazku. To umožňuje operátorovi rychlé nastavení ideálních podmínek pro pozorování daného vzorku.
- Použití studené field emission katody v elektronové trysce / CFEG/ je nejlepším řešením pro ultravysoké rozlišení, protože elektrony v elektronovém svazku mají velmi malý rozptyl energie a malou stopu. Navíc má studený hrot katody velmi dlouhou životnost, obvykle až několik let.

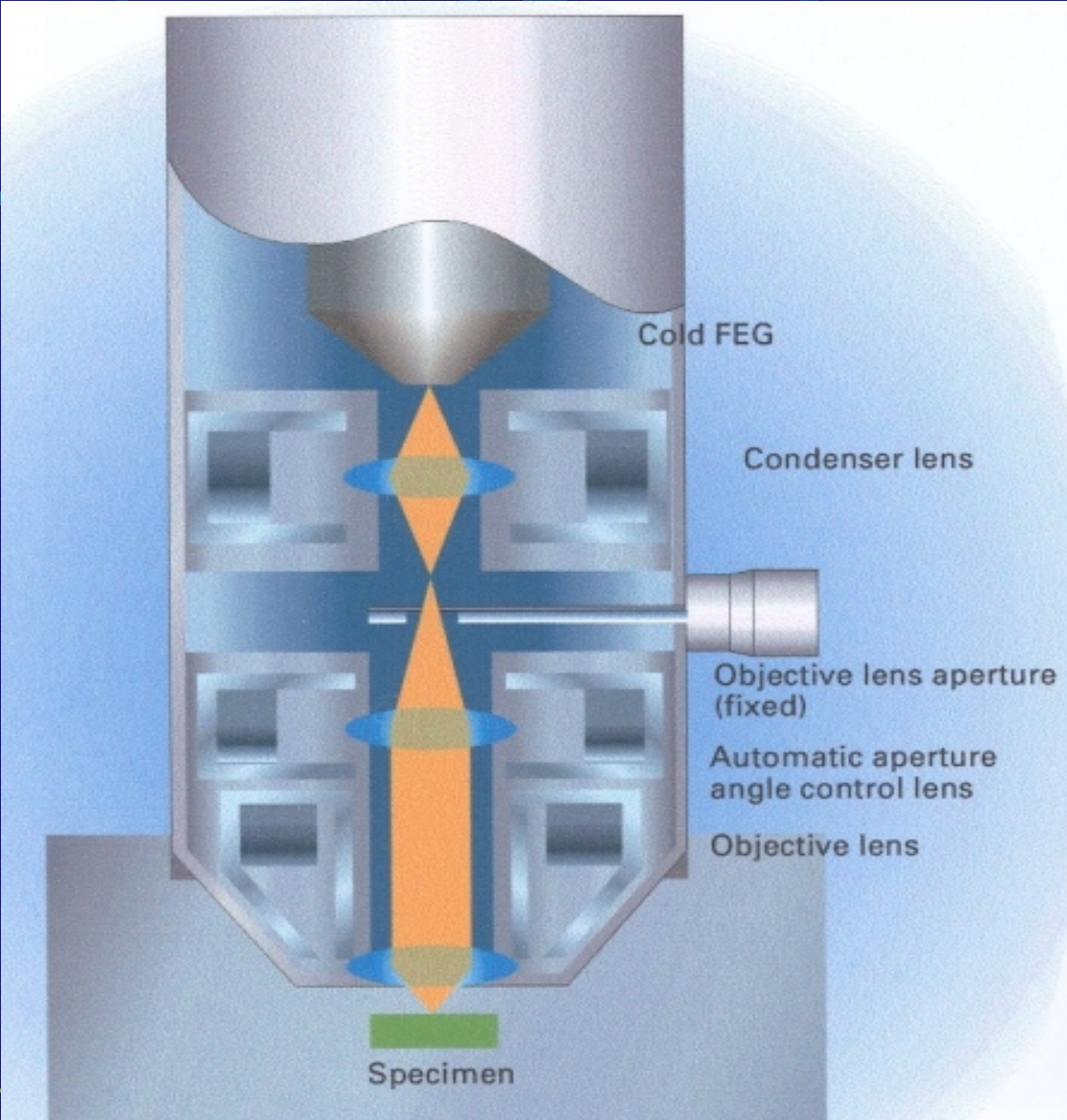


# Konstrukce



# Čočka řídicí aperturní úhel

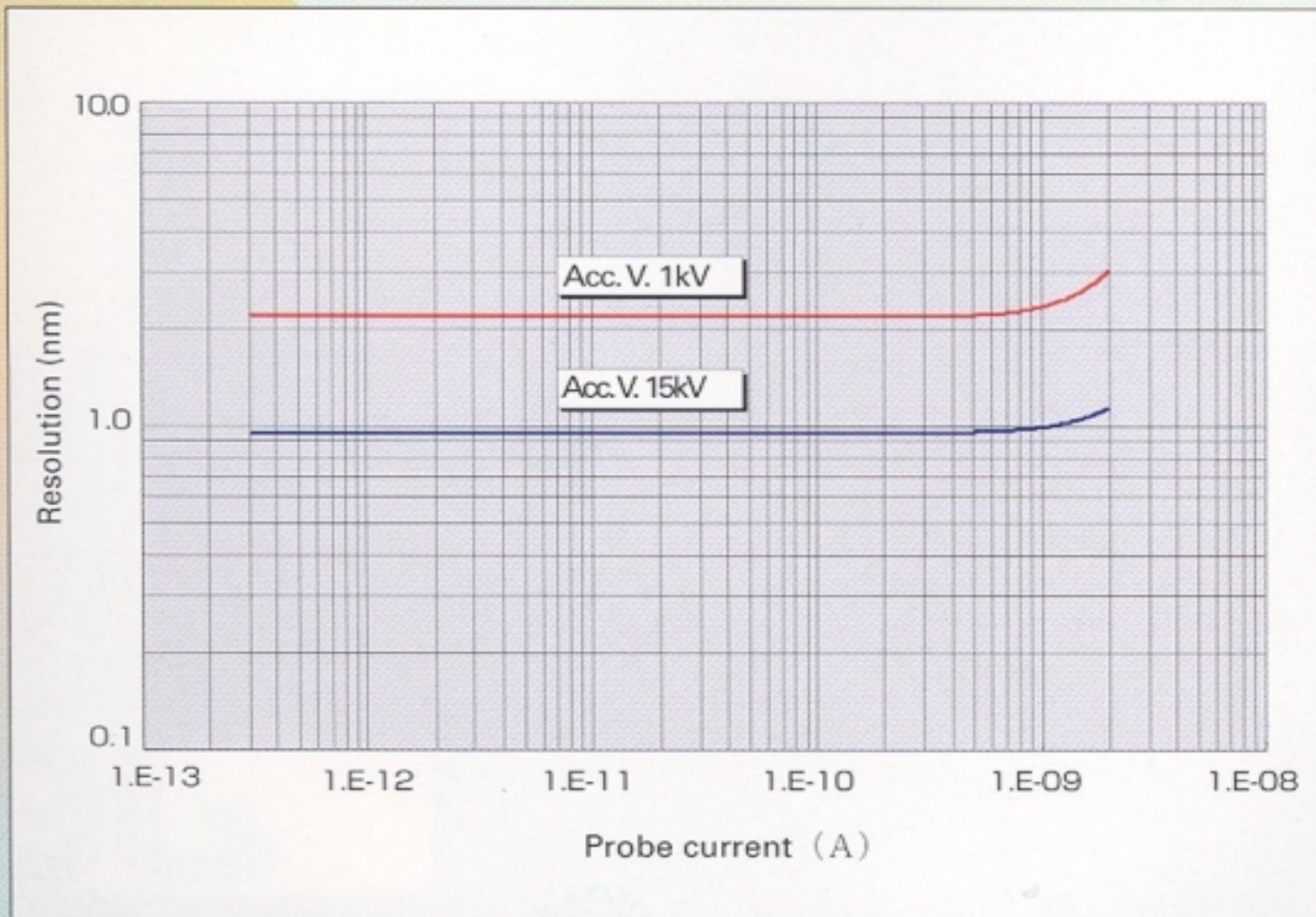
- Fy JEOL vyvinula čočku automatického řízení aperturního úhlu, která je umístěna nad objektivovou čočkou a optimalizuje aperturní úhel objektivové čočky pro široký rozsah proudu elektronového svazku.





# Jednoduché nastavení optimálního proudu elektronového svazku

- Proud elektronového svazku se může plynule měnit od 1 pA do 2 nA s jednou objektivovou aperturou. Vysoké rozlišení se dosahuje v širokém rozmezí proudu. Malý proud je vhodný pro tepelně citlivé vzorky, velký proud je vhodný pro EDS analýzu. Vysoké stability emisního proudu bylo dosaženo zvýšením vakua v elektronové trysce.
- Úroveň vakua v elektronové trysce je 20-25 nPa a je na této výši neustále udržována iontovými pumpami. Tak je zabezpečeno, že stabilita proudu svazku je vysoká po dlouhé časové období.
- Úroveň vakua v mezikomoře, tj. v prostoru mezi vlastní tryskou a komorou vzorku je o řád nižší, tj. stovky nPa, typicky mezi 500-700nPa.
- Úroveň vakua v pracovní komoře je v destínách až setinách mPa.

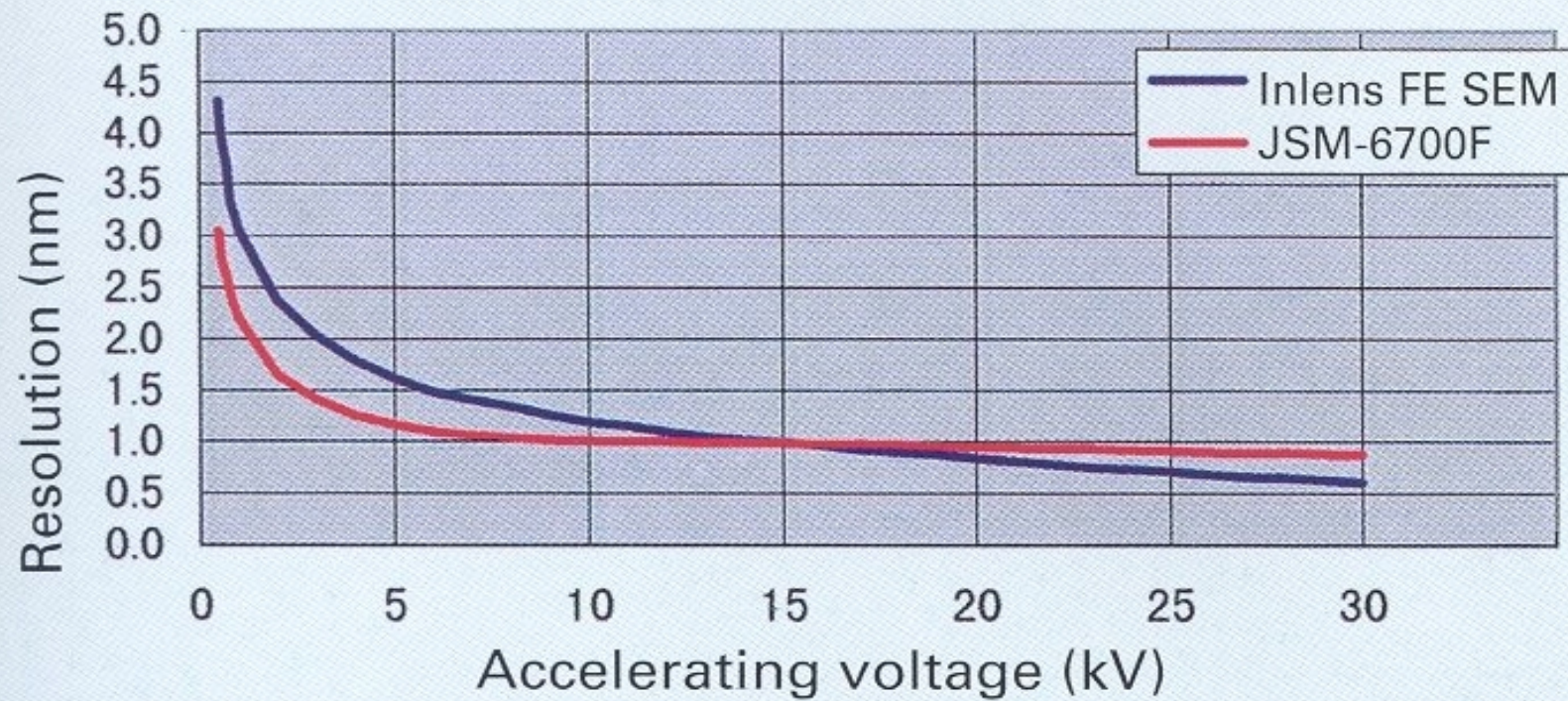


*High resolution over a wide probe current range*

# Ultravysoké rozlišení i na rozměrných vzorcích

- Nově vyvinutá silně buzená kónická objektivová čočka, která je použita v JSM 6700F umožňuje pozorovat i relativně velké vzorky s vysokým rozlišením a není zde omezení na práci pouze s malými vzorky, jako je tomu u TEM.
- Fy JEOL zaručuje u mikroskopu JSM6700F rozlišení 1.0nm při 15 kv a pracovní vzdálenosti 3 mm a 2.2nm při 1kv při pracovní vzdálenosti 1,5 mm.



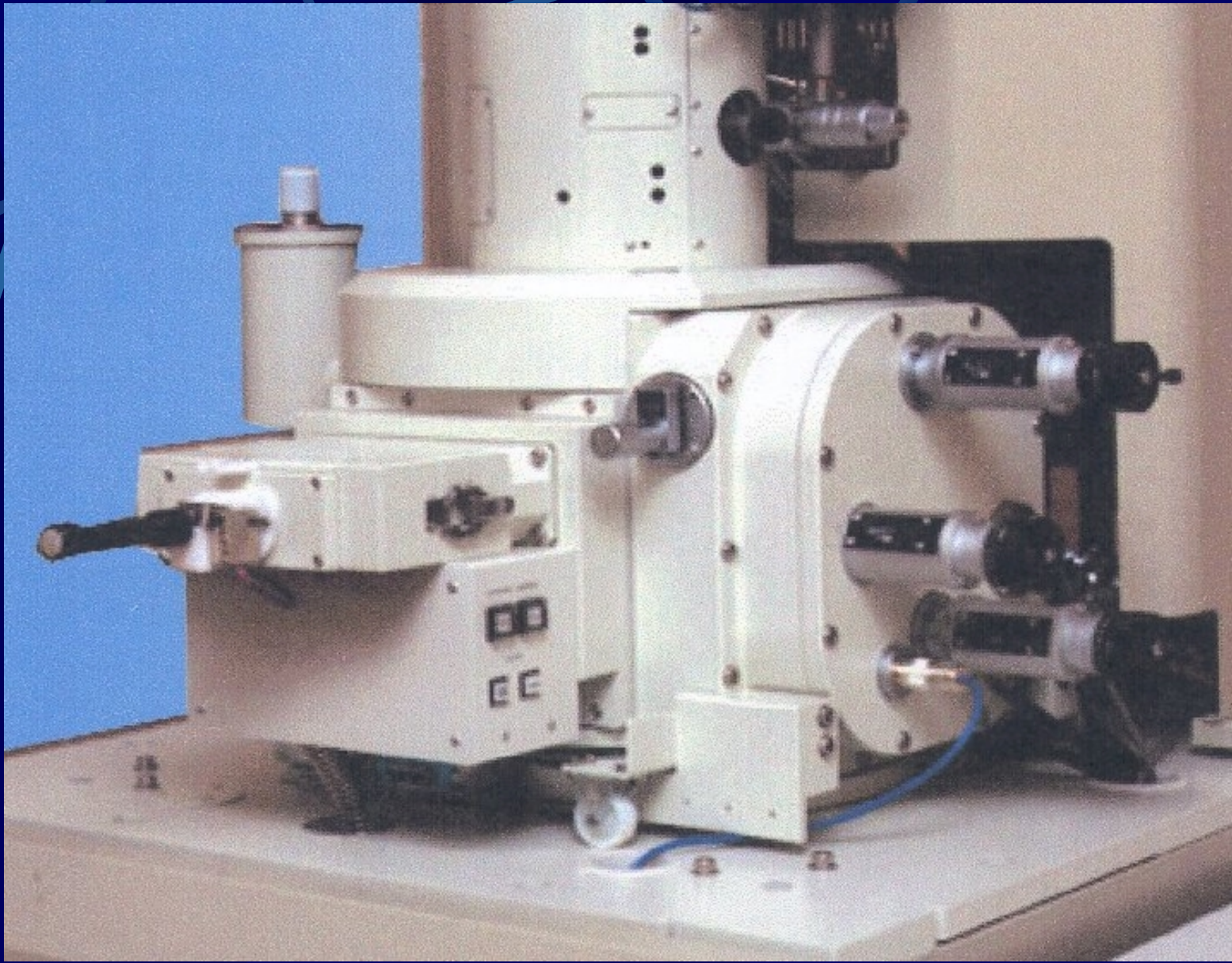


*The strongly excited conical lens has higher performance than the in-lens at 15kV or below.*

# Široký rozsah velikostí vzorku, pohodlná výměna vzorku, dobrá manipulace se vzorkem na stolku

- Komora mikroskopu je navržena tak, že mohou být pozorovány vzorky od velmi malých např. řezů až po 203,2mm /např. 8inch Si desky/.
- Způsob výměny vzorků přes tzv. air-lock systém je jednoduchý, bezporuchový a navíc vkládání vzorku není třeba kontrolovat zrakem (ale je možná kontrola CCD kamerou).
- Goniometrický stolek je eucentrický s rozsahem pohybu: ve směru osy X - 70mm, ve směru osy Y - 50mm, náklonem v jednom směru – 5 až +60 stupňů (velikost náklonu závisí na použitém držáku vzorku a pracovní vzdálenosti) a rotací R kolem osy Z 360 stupňů. Pracovní vzdálenost (v ose Z) je 1,5 až 25 mm, motoricky jsou ovládány posuvy X, Y a R .





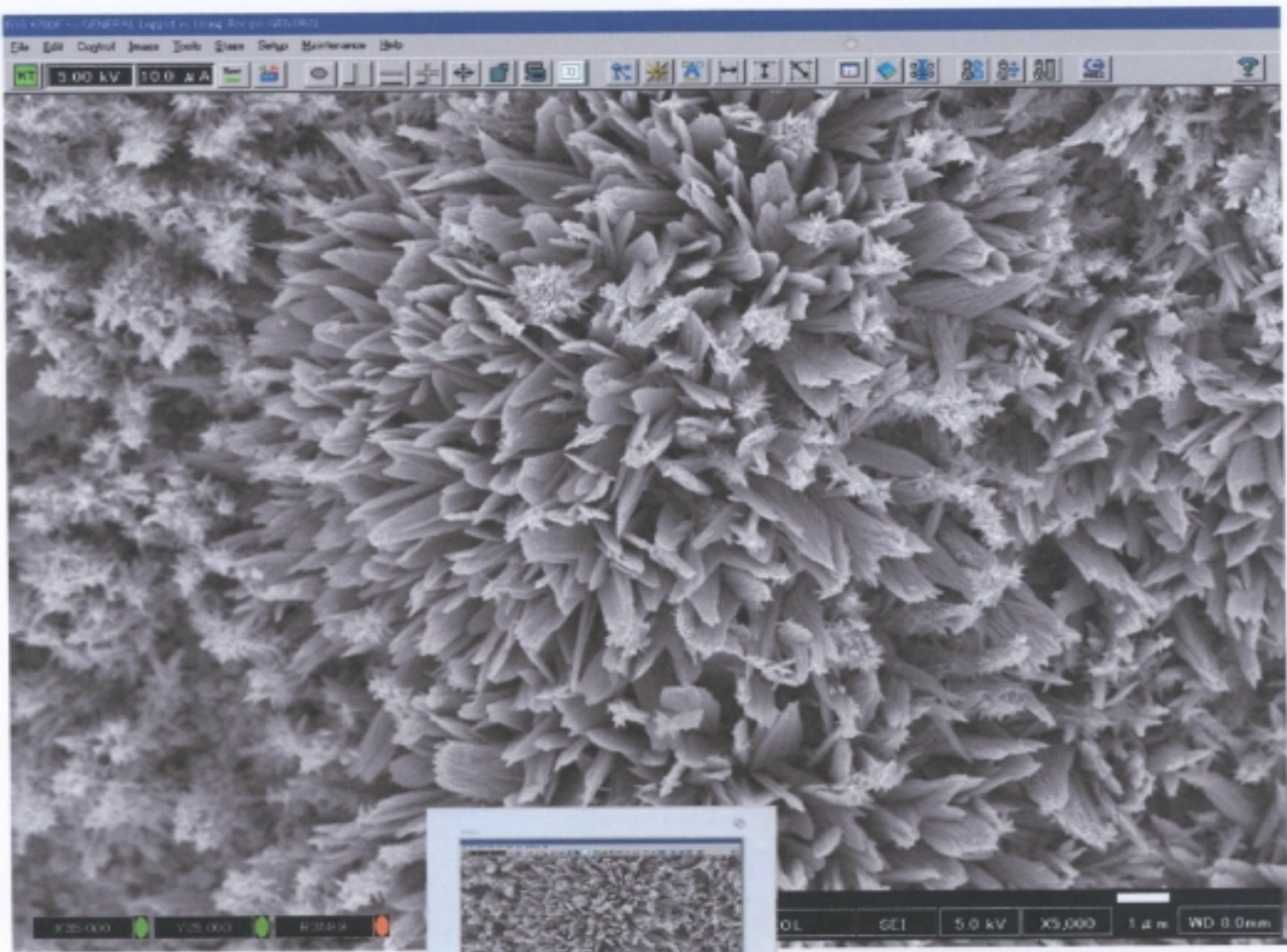


# Automatické standarty pohybu

- Osy X, Y a rotace R jsou motorizované a řízené PC. Osa Z a náklon na mikroskopu instalovaném v ÚPT jsou ruční (existují ale i varianty JSM 6700F se všemi pěti motorizovanými osami).
- Vlastní automatické standarty pohybu usnadňují a zefektivňují práci operátora. Jsou to : Eucenrická rotace, snap-shot survey mode, point-to-center mode a step-by-field mode, jakož i ovládání joystickem a částečně i myší.

# Uživatelský výstup

- Uživatelským výstupem je plochý monitor s kvalitním, velmi jasným obrazem, který má vysoké rozlišení / 1280x1024 pixlů/.
- Fotografická kvalita obrazu a redukce obrazu umožňují operátorovi snadnou fokusaci a seřízení OL a CL stigmátorů, jakož i jejich vystředění.
- Každý detail viditelný na hard copy obraze je pozorovatelný i na monitoru.
- Většina povrchu monitoru je rezervována pro vysoce definovaný obraz. Je to proto, že přístroj je vybaven i samostatným panelem s ručními tlačítky pro některé frekventované operace /fokusace, pohyb obrazu a vzorku / a také joystickem a myší pro řízení pohybu stolku.
- Snímaný obraz je ukládán v bmp formátu do PC a z něj může být buď vytištěn na inkoustové tiskárně, zaznamenán na CD anebo přímo fotograficky sejmuto na film.



Specimen : Iron oxide

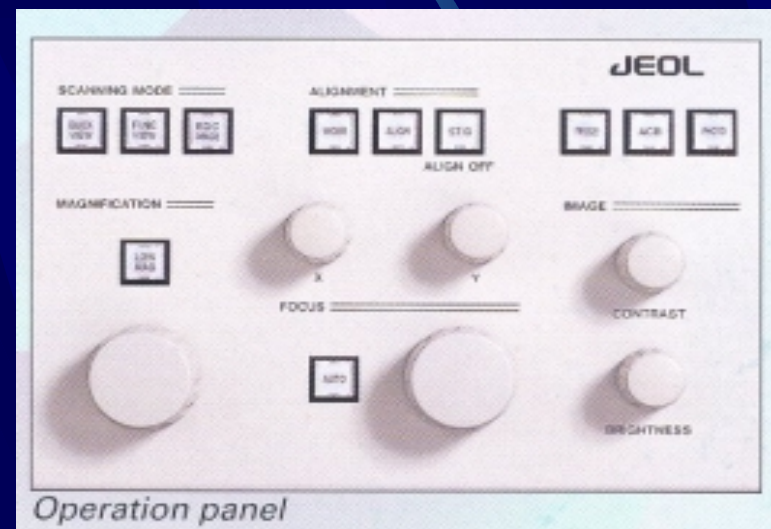


LCD monitor



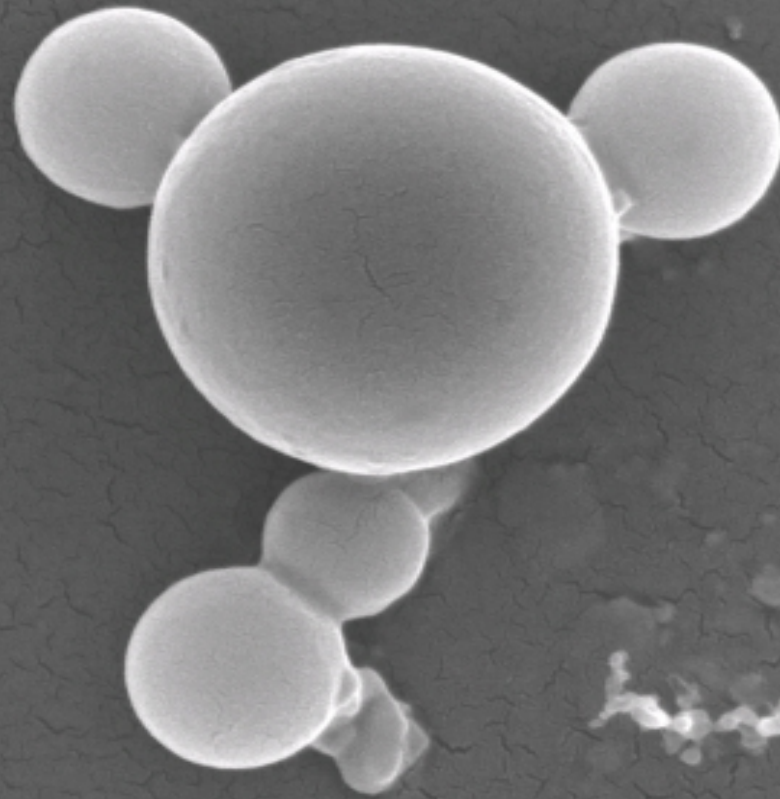
# Manipulace s obrazem a vzorkem

- Manipulace se vzorkem i obrazem je zajištěna uživatelsky pohodlným způsobem, a to za pomoci joysticku a panelu se sadou tlačítek a knoflíků, kterými můžeme řídit fokusaci, zvětšení, ale i způsob skenování a rychlost. Panel umožňuje „obouruční“ obsluhu a tím i účinnější řízení REM.



**Obrázky  
z  
JSM6700F**

# Polystyrene Latex Particles



ISI

SEI

5.0kV

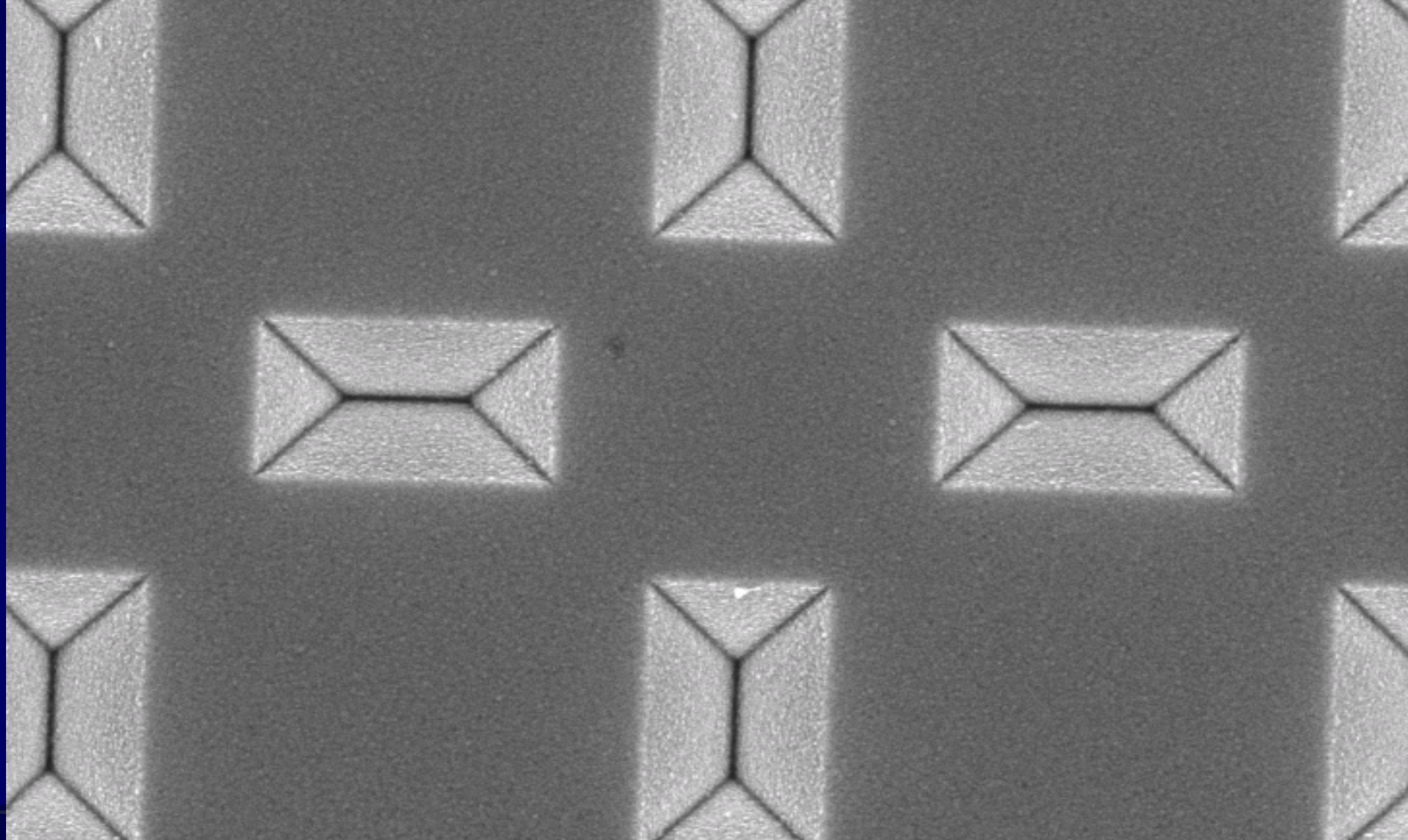
X30,000

100nm

WD 8.2mm



**Matejka um scale -Gold on etched Silicon**



ISI

SEI

10.0kV

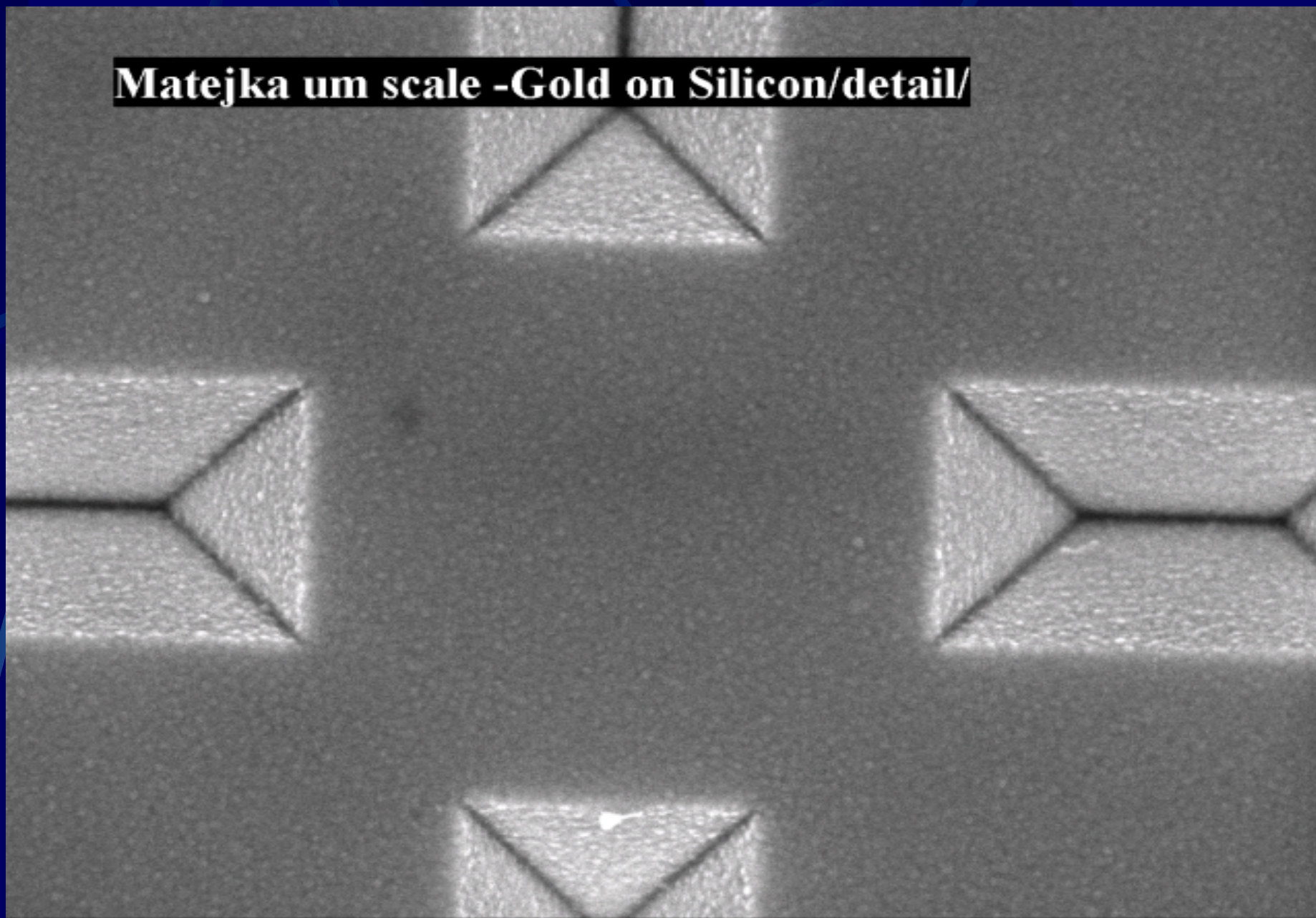
X20,000

1  $\mu$ m

WD 3.0mm



**Matejka um scale -Gold on Silicon/detail/**



ISI

SEI

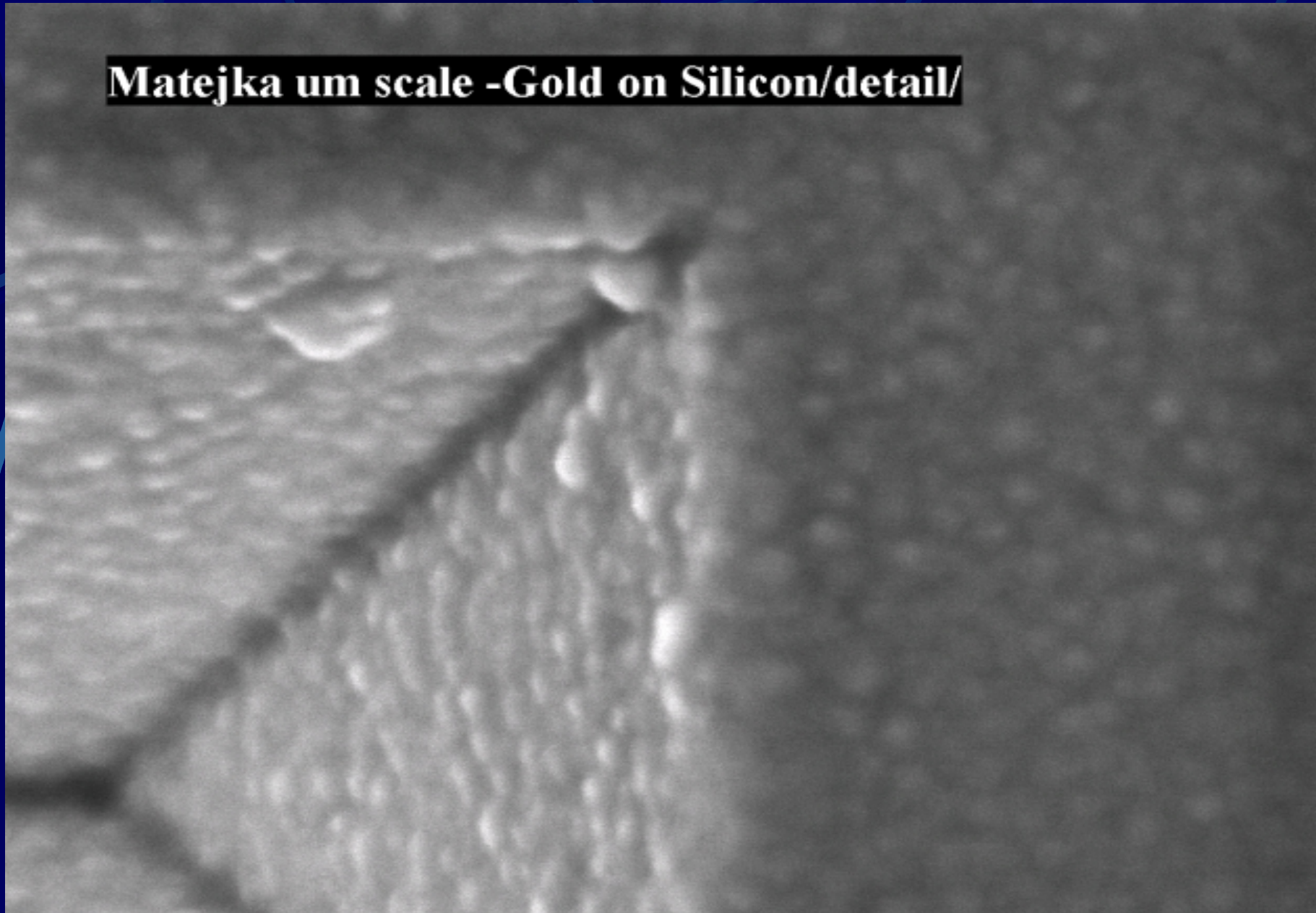
10.0kV

X35,000

100nm

WD 3.0mm

**Matejka um scale -Gold on Silicon/detail/**



ISI

SEI

5.0kV

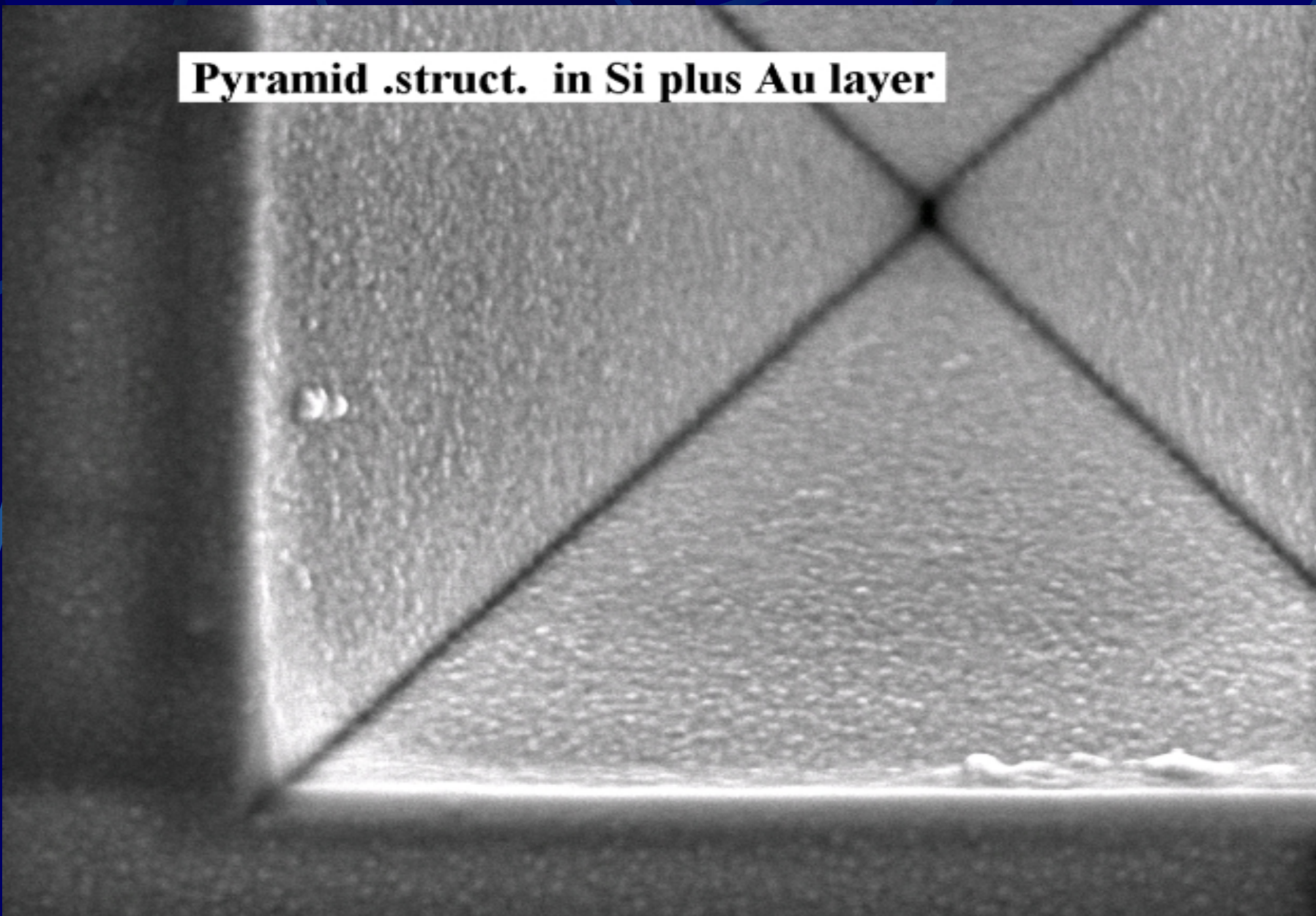
X150,000

100nm

WD 8.0mm



**Pyramid .struct. in Si plus Au layer**



ISI

SEI

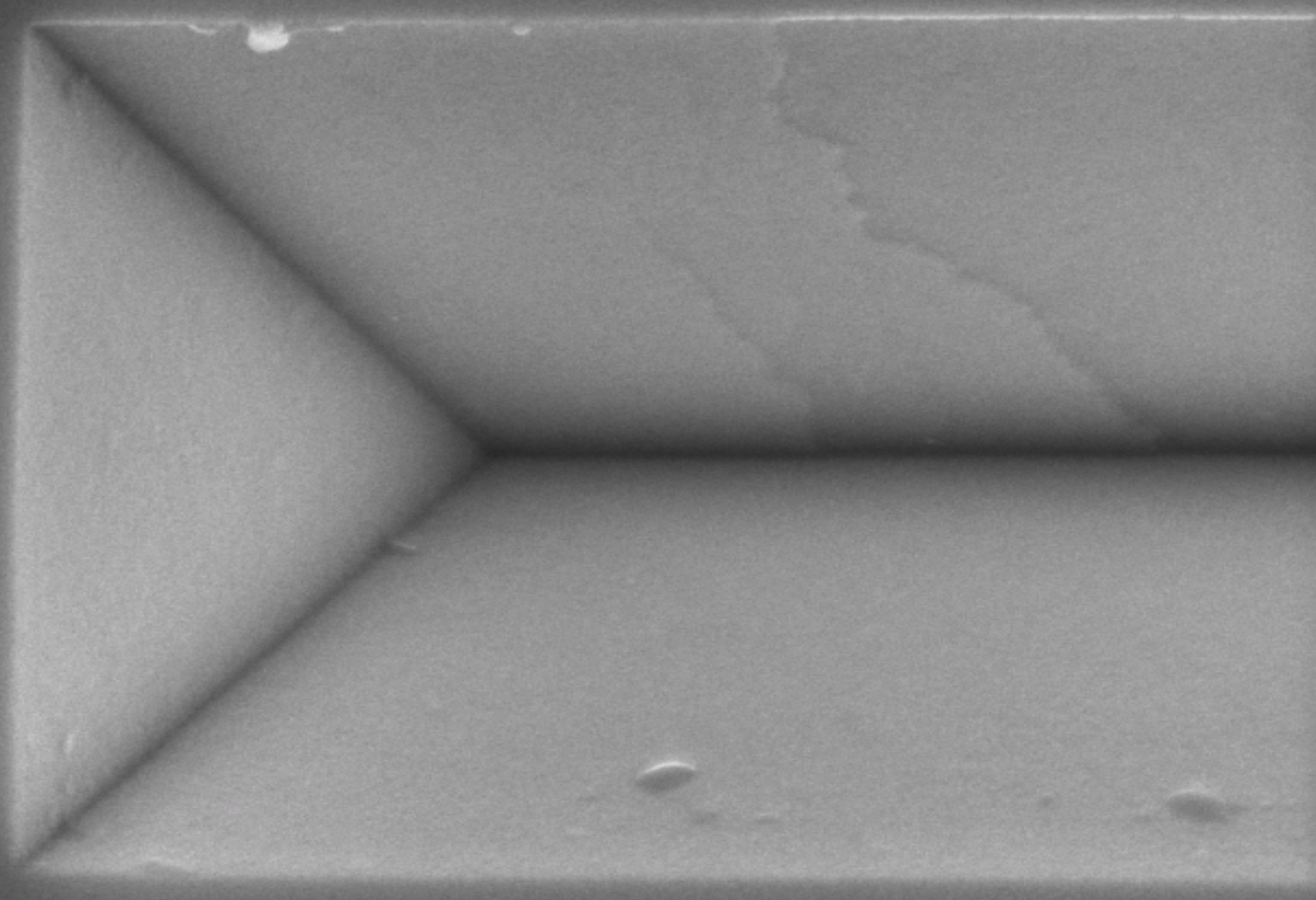
5.0kV

X50,000

100nm

WD 8.0mm

**um scale on silicon /anizotrop.etching/**



ISI

SEI

5.0kV

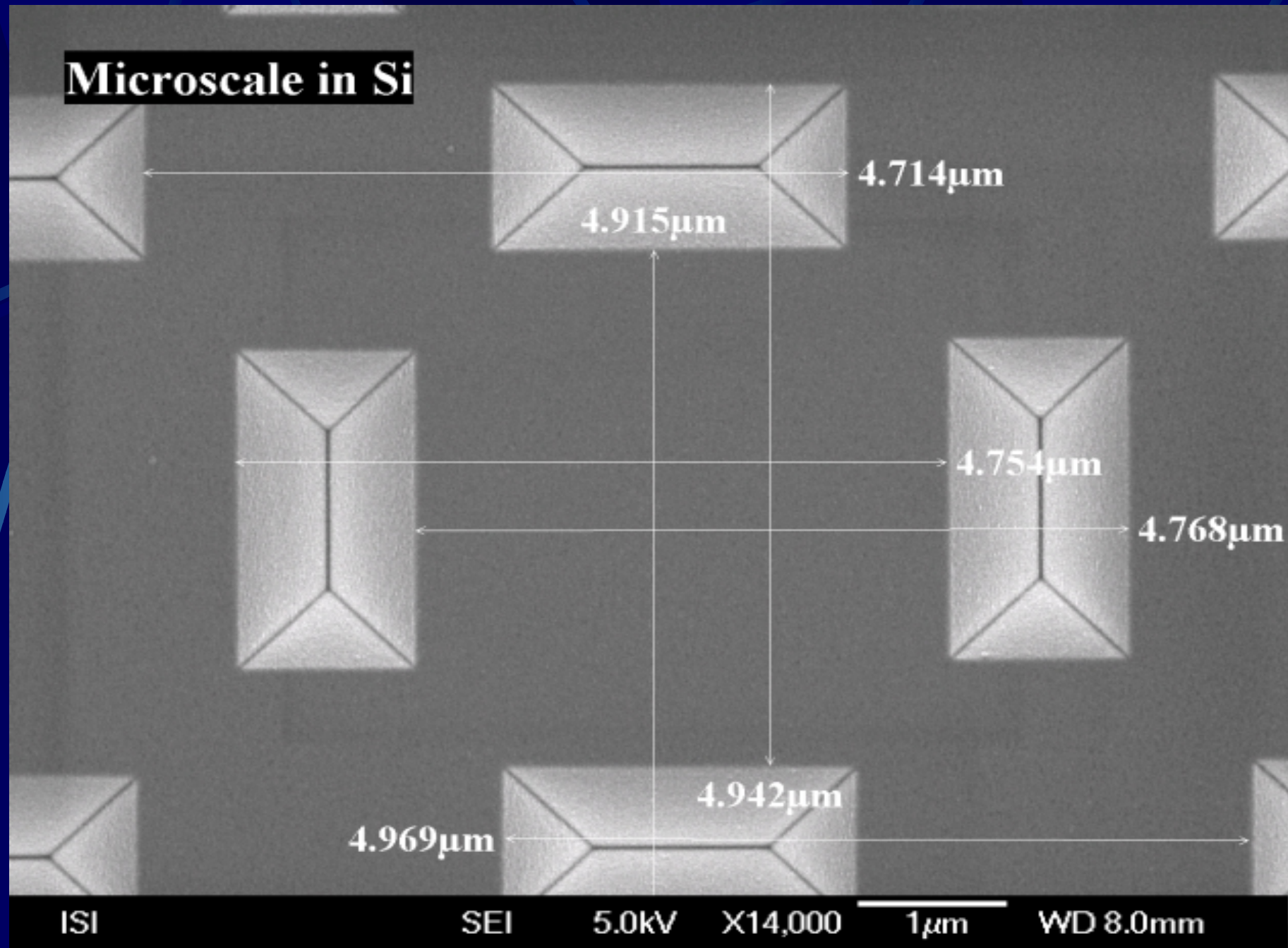
X50,000

100nm

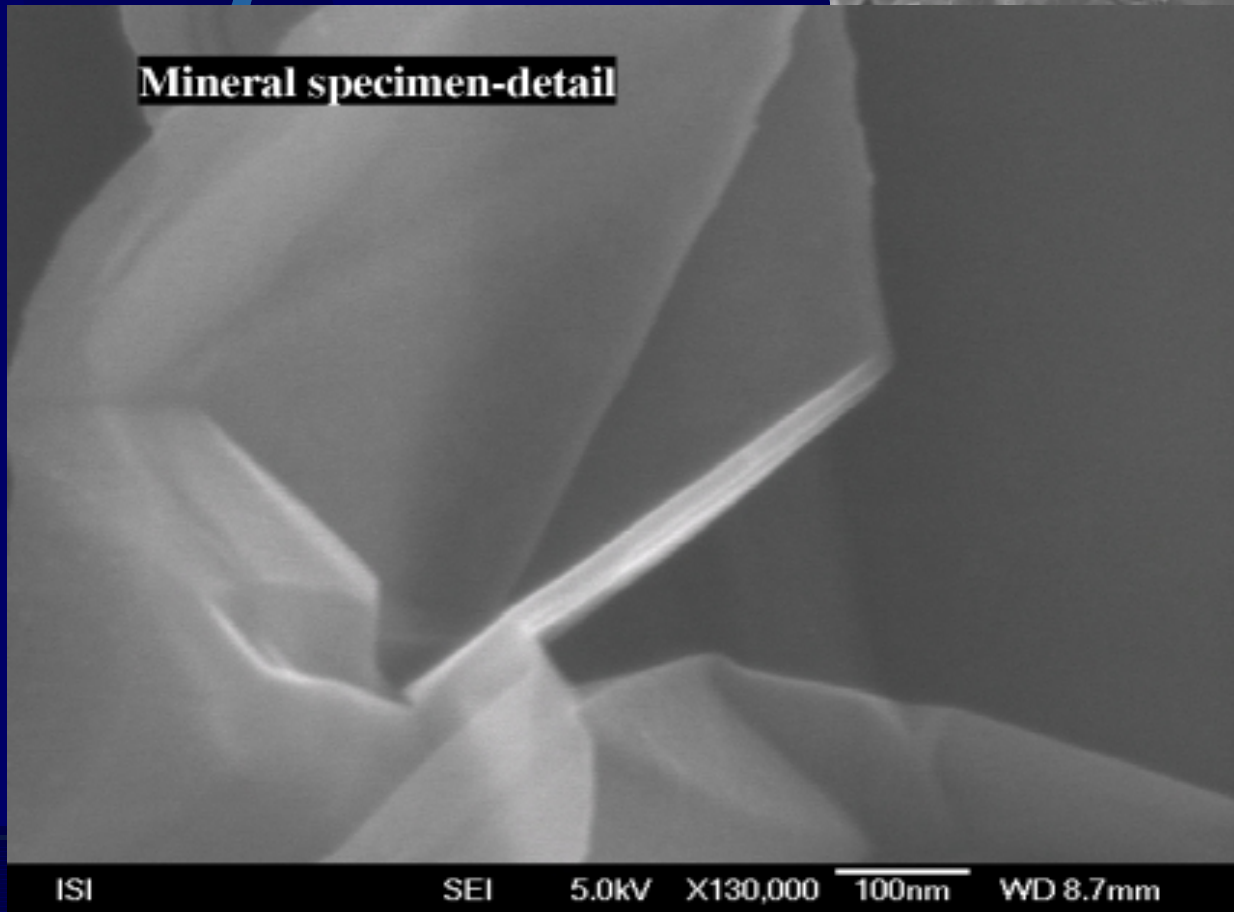
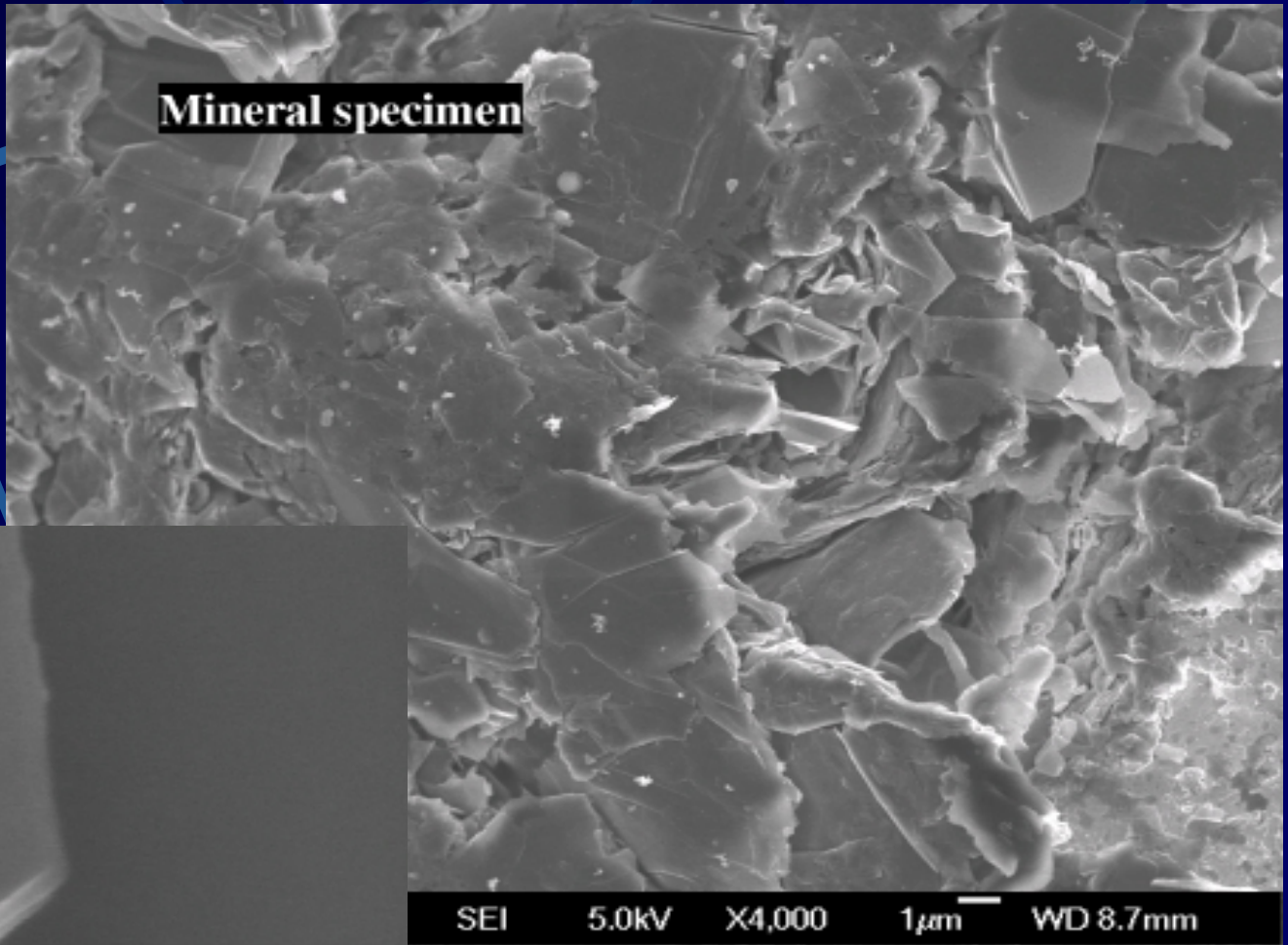
WD 7.9mm



# Microscale in Si

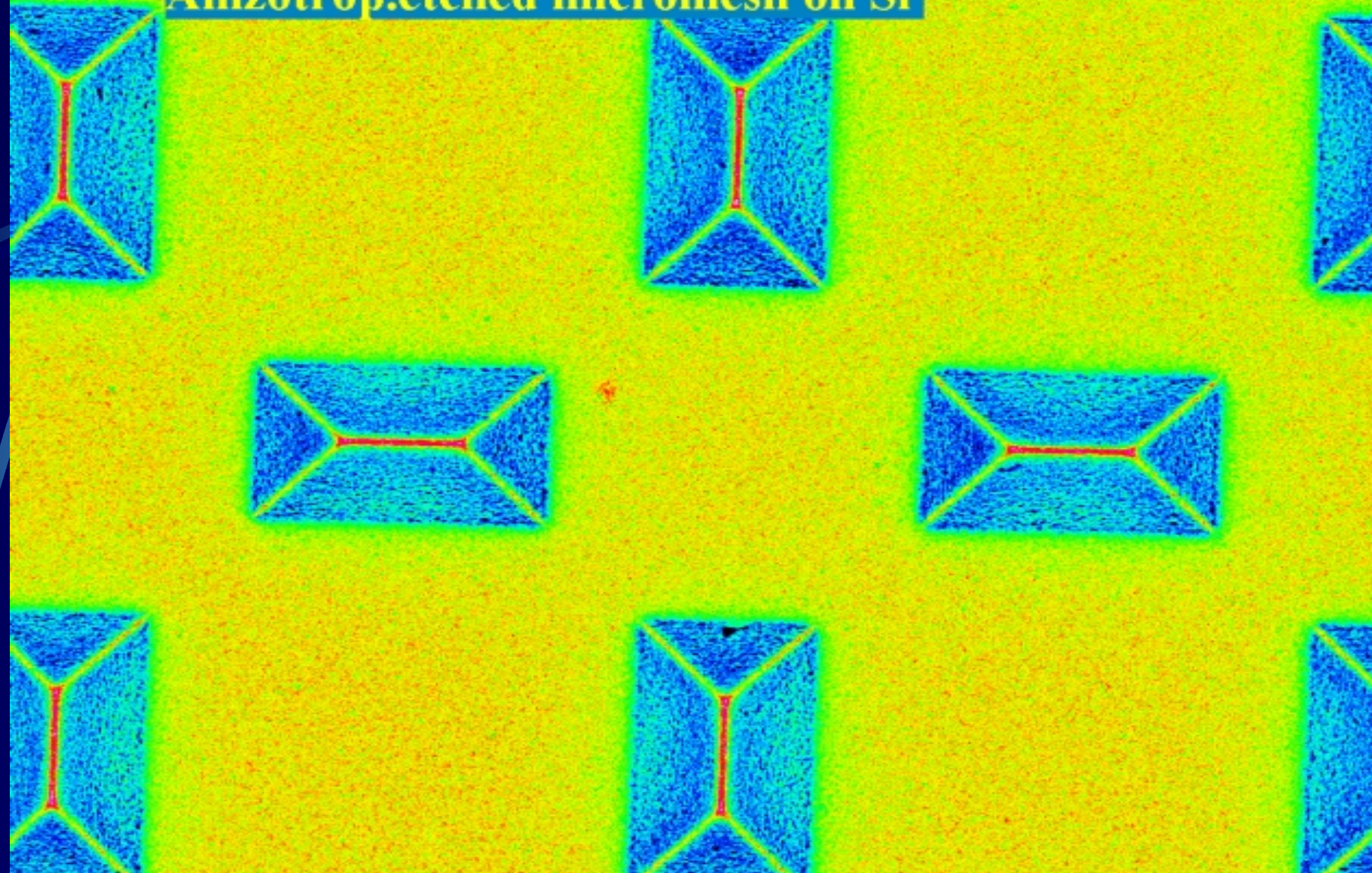








Anizotrop.etched micromesh on Si



ISI

SEI

10.0kV

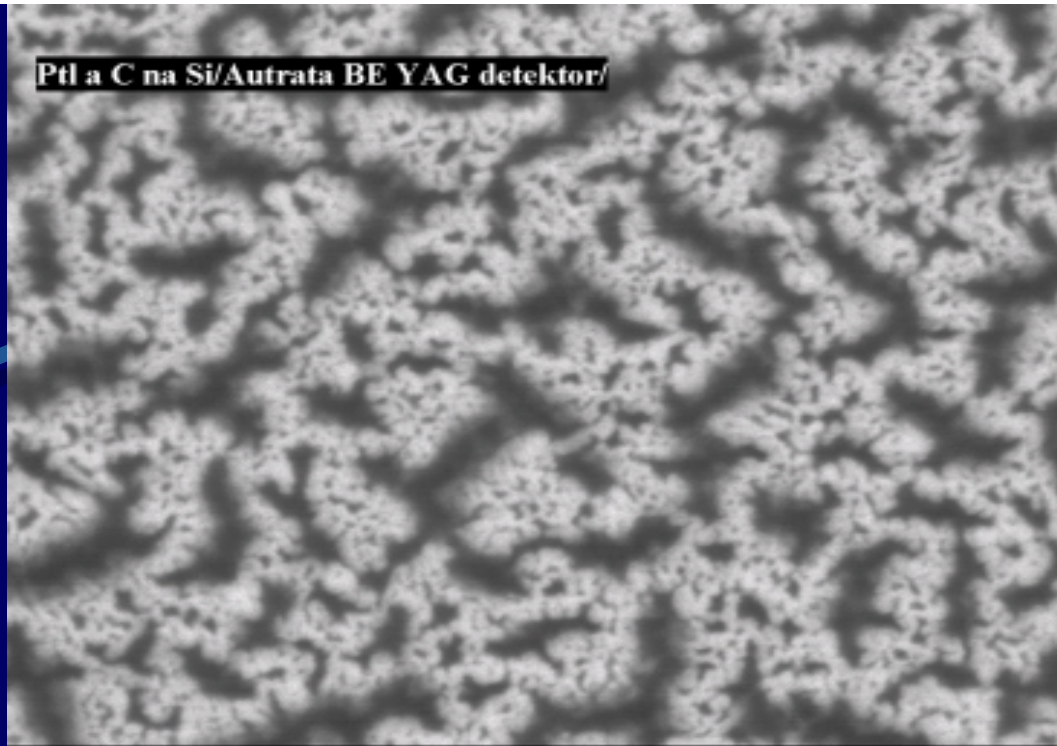
X20,000

1 $\mu$ m

WD 3.0mm

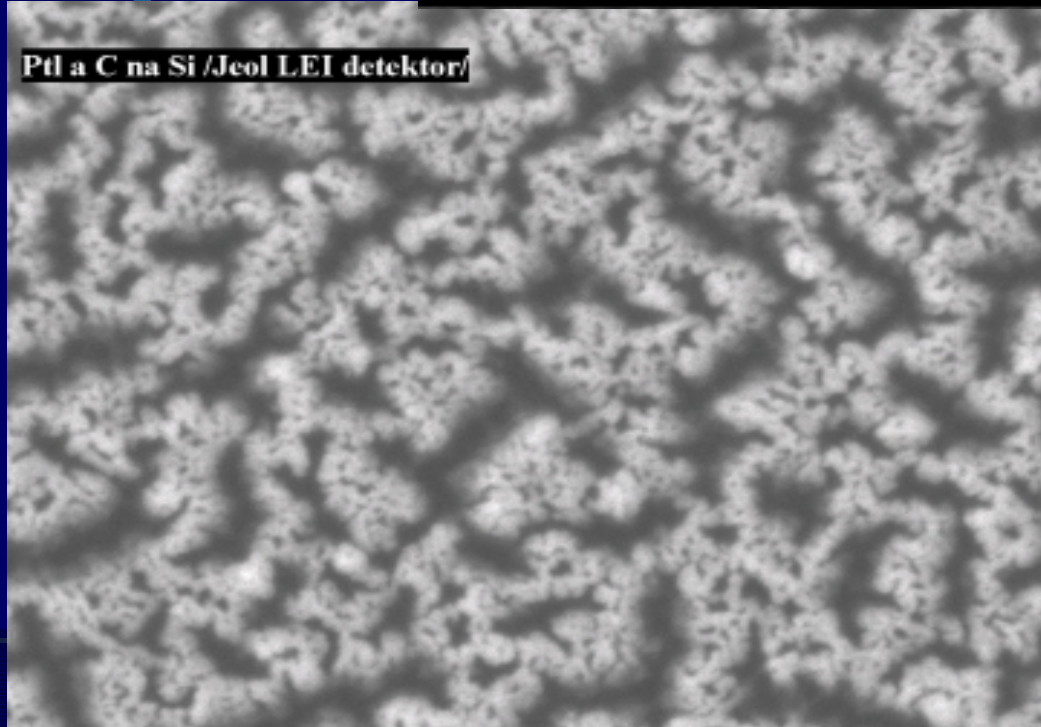


**Ptl a C na Si/Autrata BE YAG detektor/**



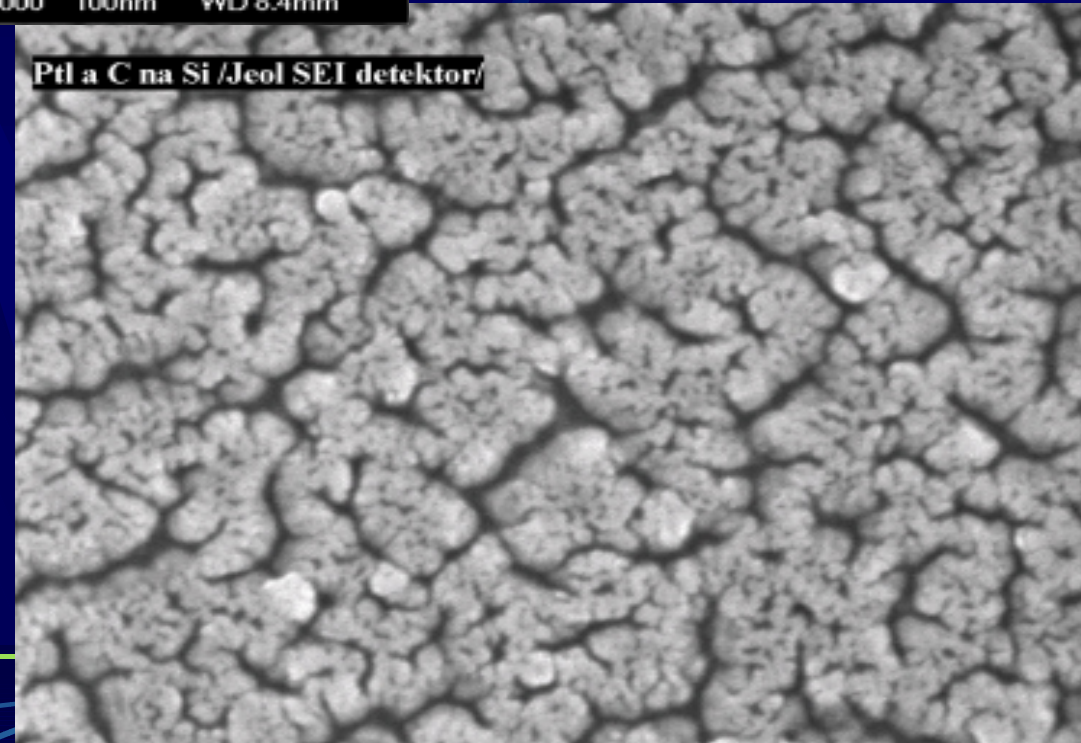
ISI AUX1 5.0kV X100,000 100nm WD 8.4mm

**Ptl a C na Si /Jeol LEI detektor/**



ISI LEI 5.0kV X100,000 100nm WD 8.4mm

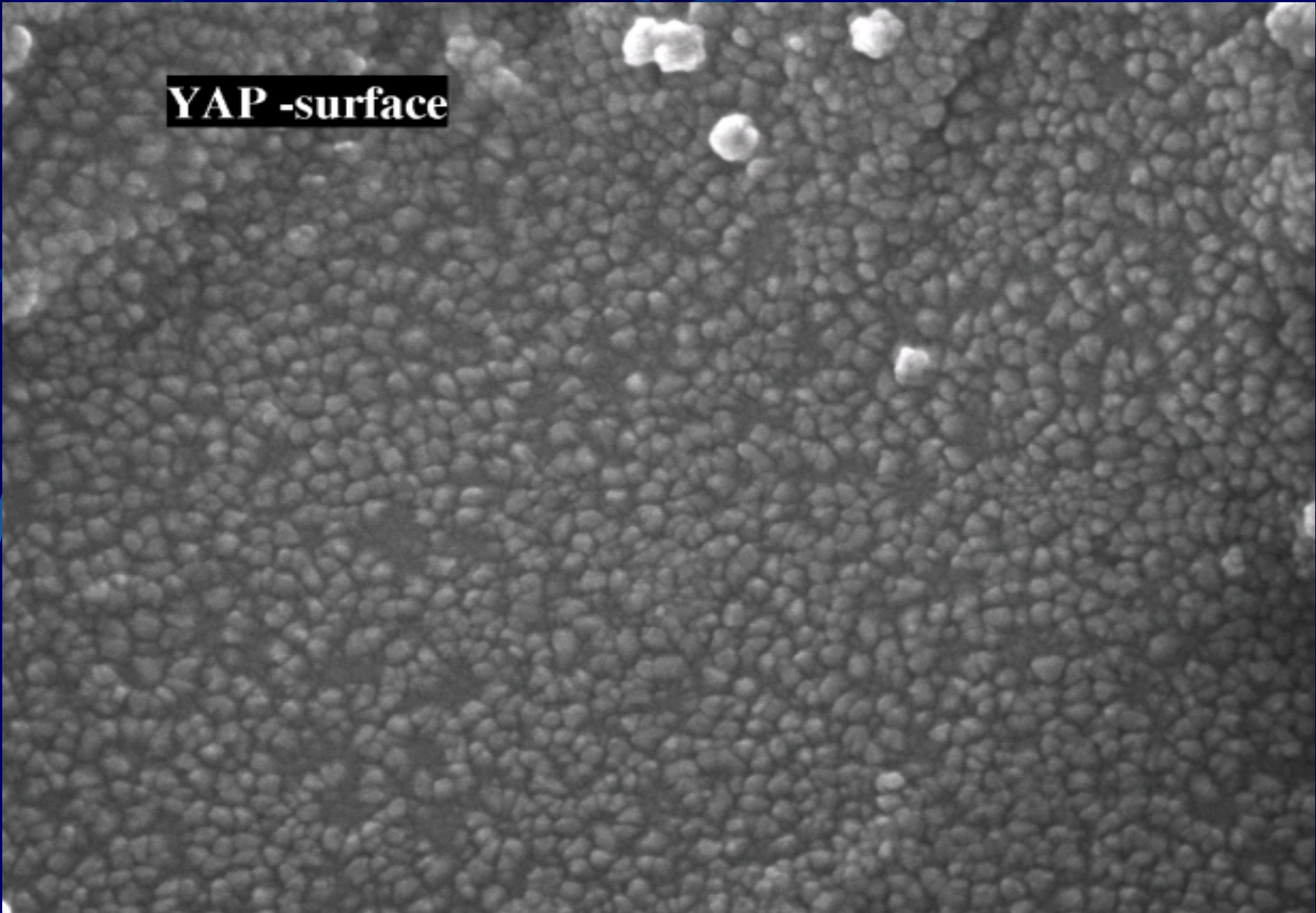
**Ptl a C na Si /Jeol SEI detektor/**



ISI SEI 5.0kV X100,000 100nm WD 8.4mm



**YAP -surface**



ISI

SEI

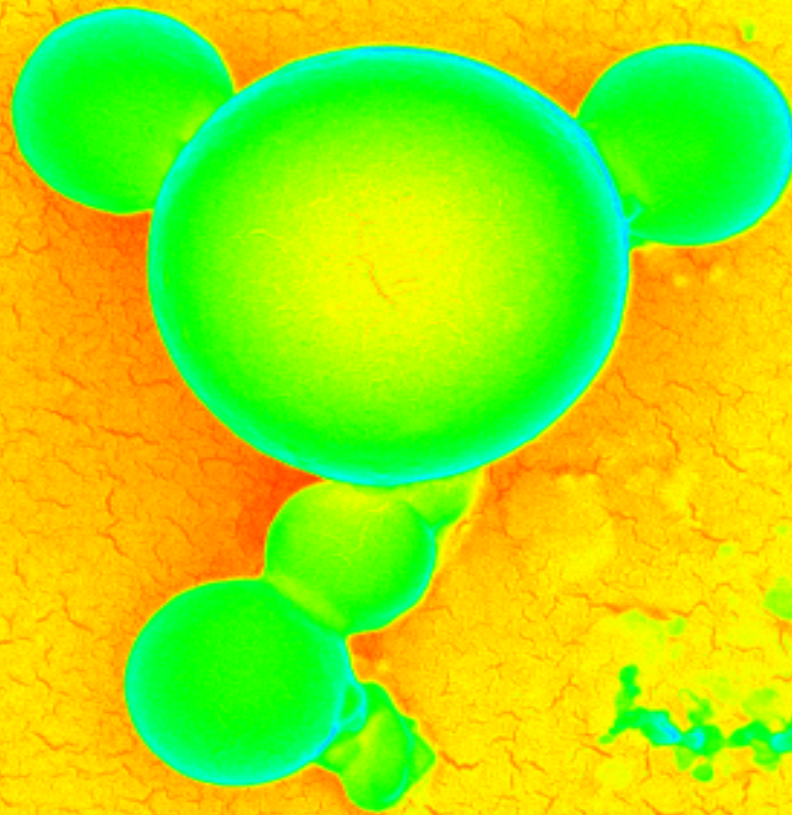
5.0kV

X65,000

100nm

WD 7.9mm

# Polystyrene Latex Particles



ISI

SEI

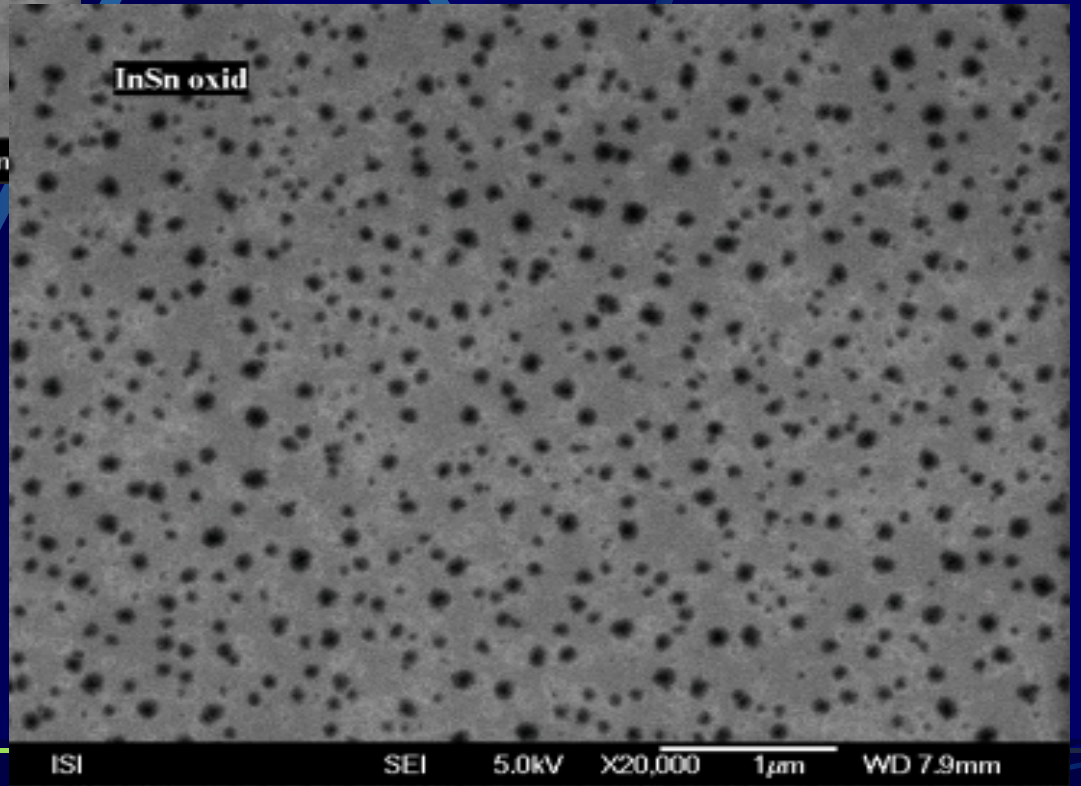
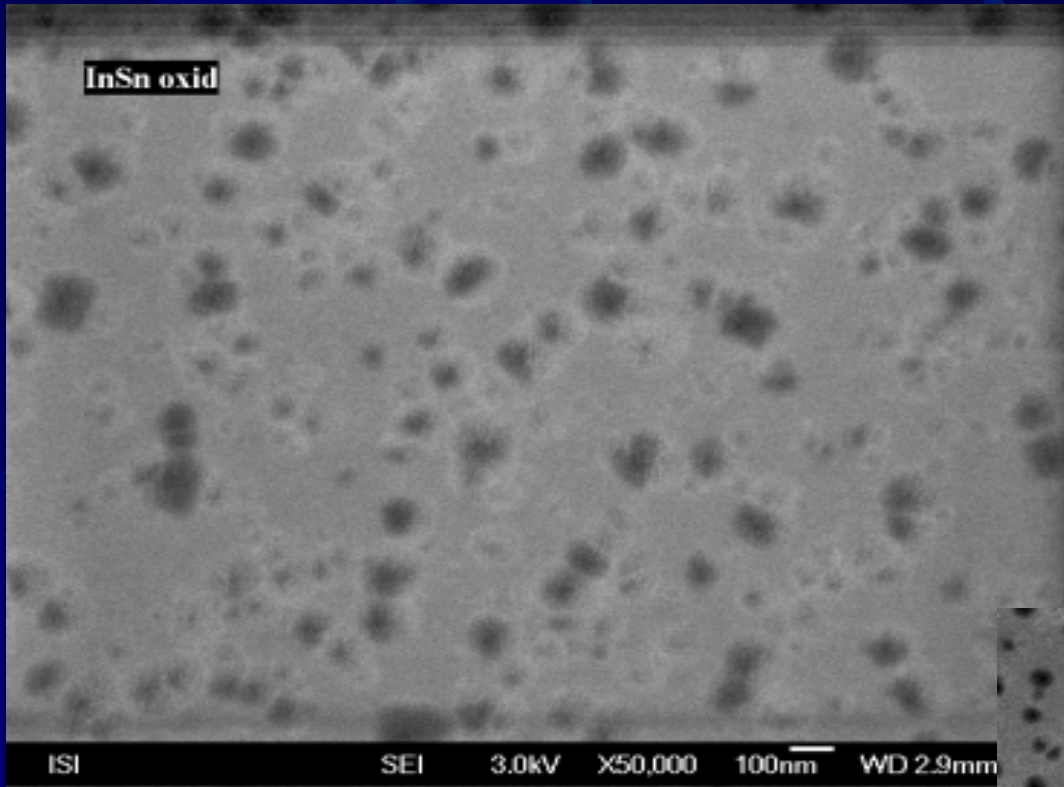
5.0kV

X30,000

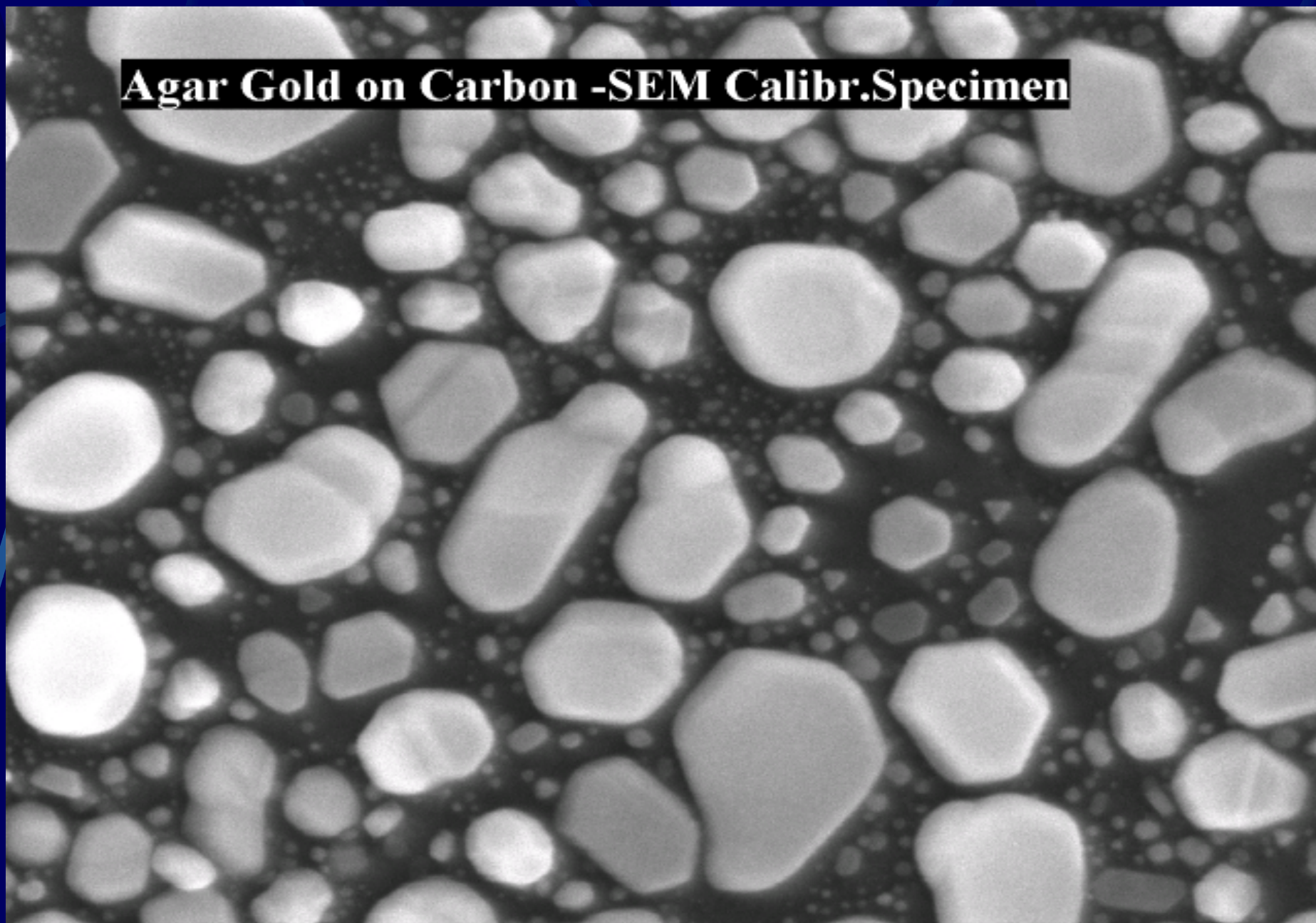
100nm

WD 8.2mm





**Agar Gold on Carbon -SEM Calibr.Specimen**



ISI

SEI

10.0kV

X190,000

100nm

WD 2.6mm



**Electron lithography specimen**

11.308 $\mu$ m

11.481 $\mu$ m

ISI

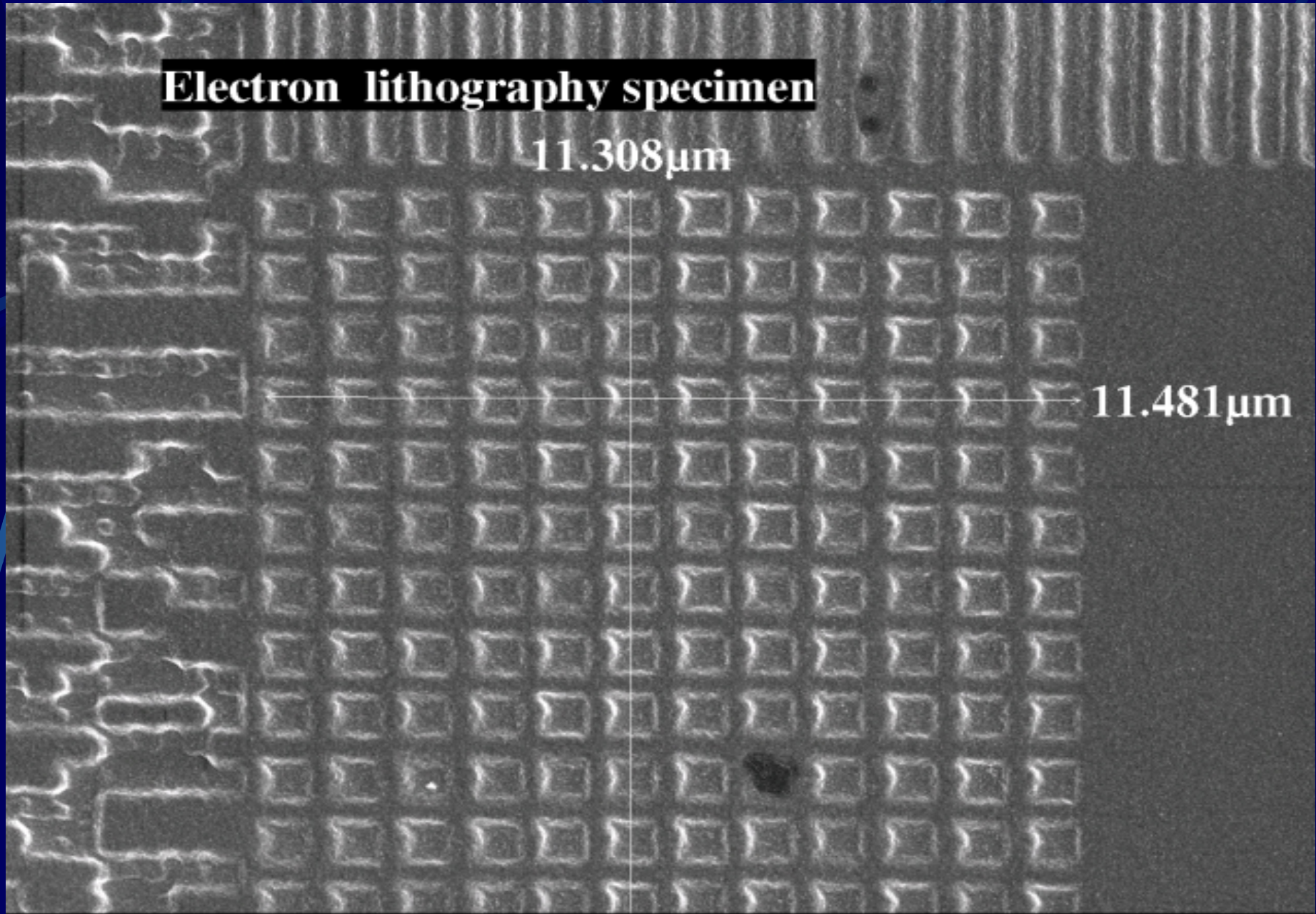
SEI

2.0kV

X6,500

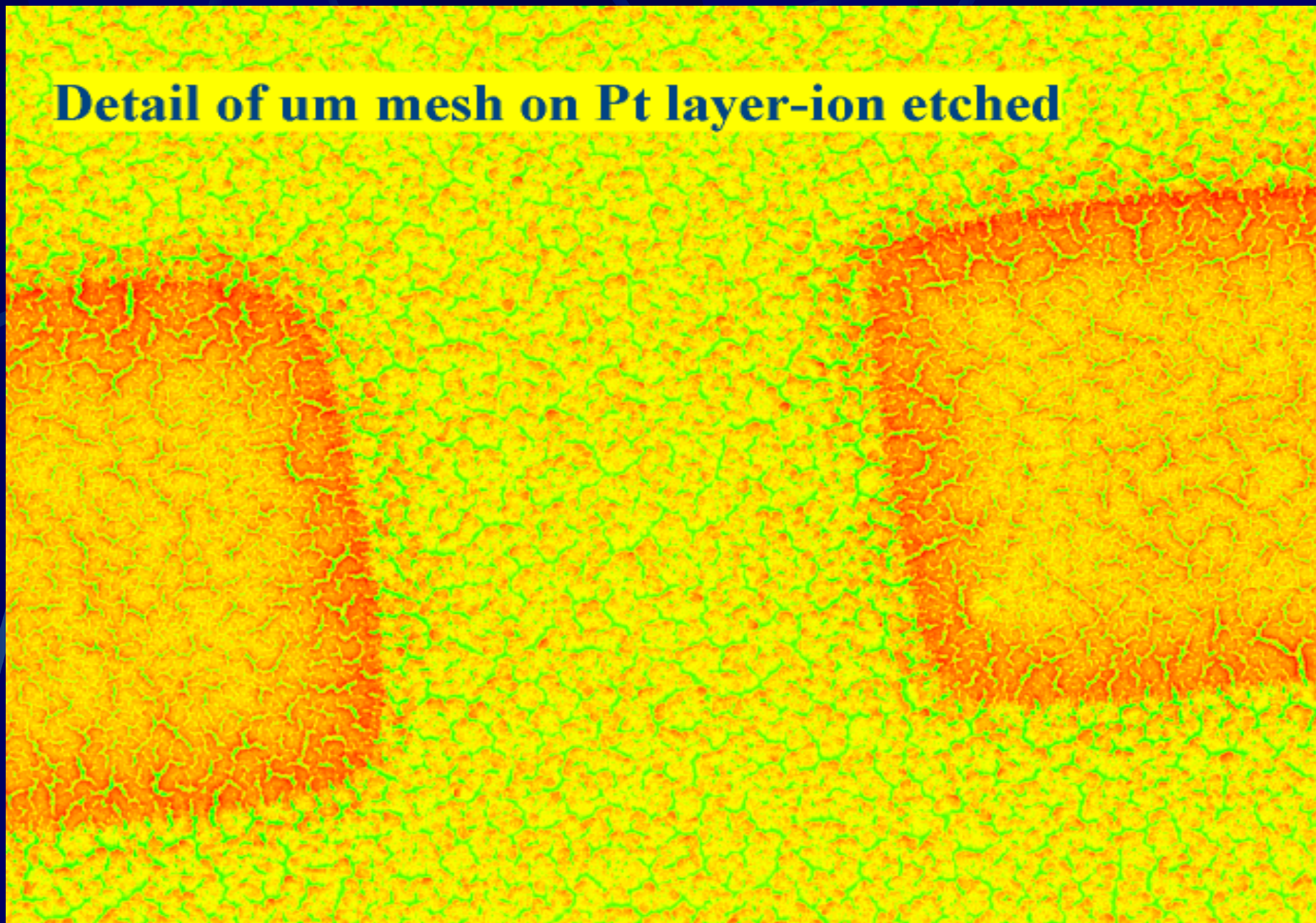
1 $\mu$ m

WD 7.9mm





# Detail of um mesh on Pt layer-ion etched



ISI

SEI

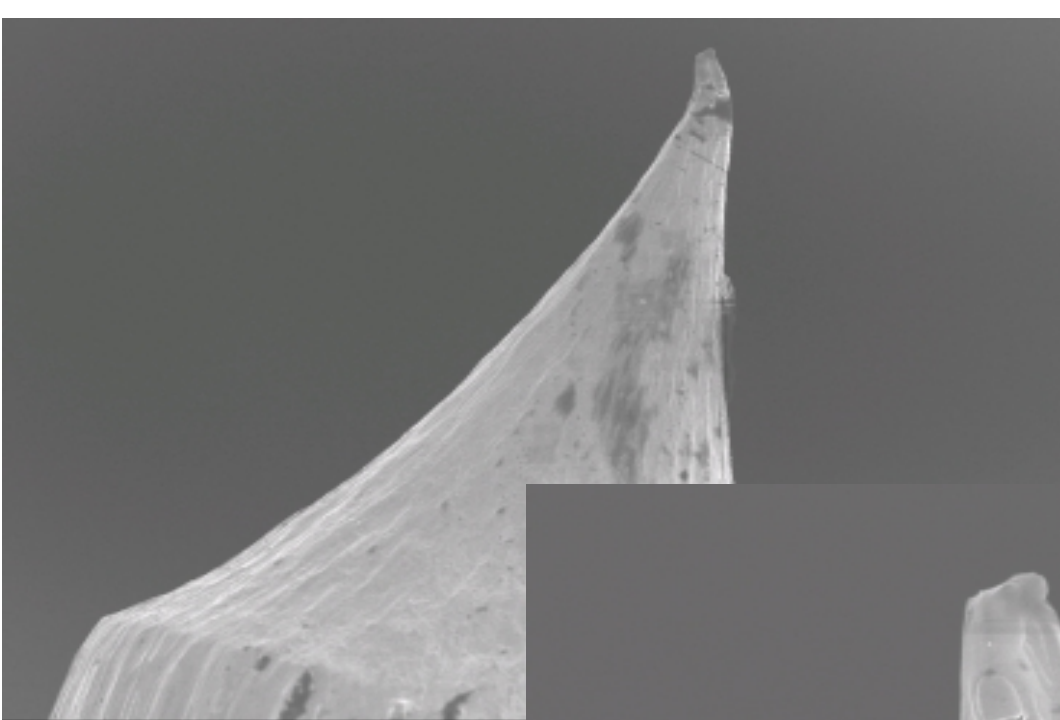
10.0kV

X20,000

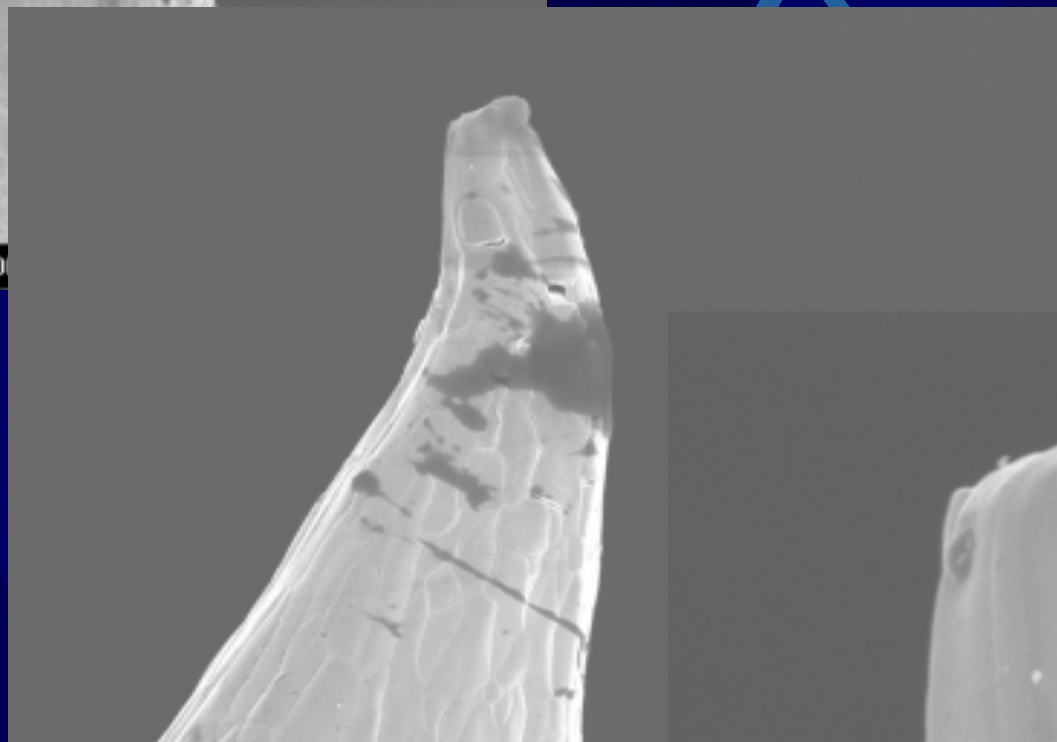
1 $\mu$ m

WD 8.1mm

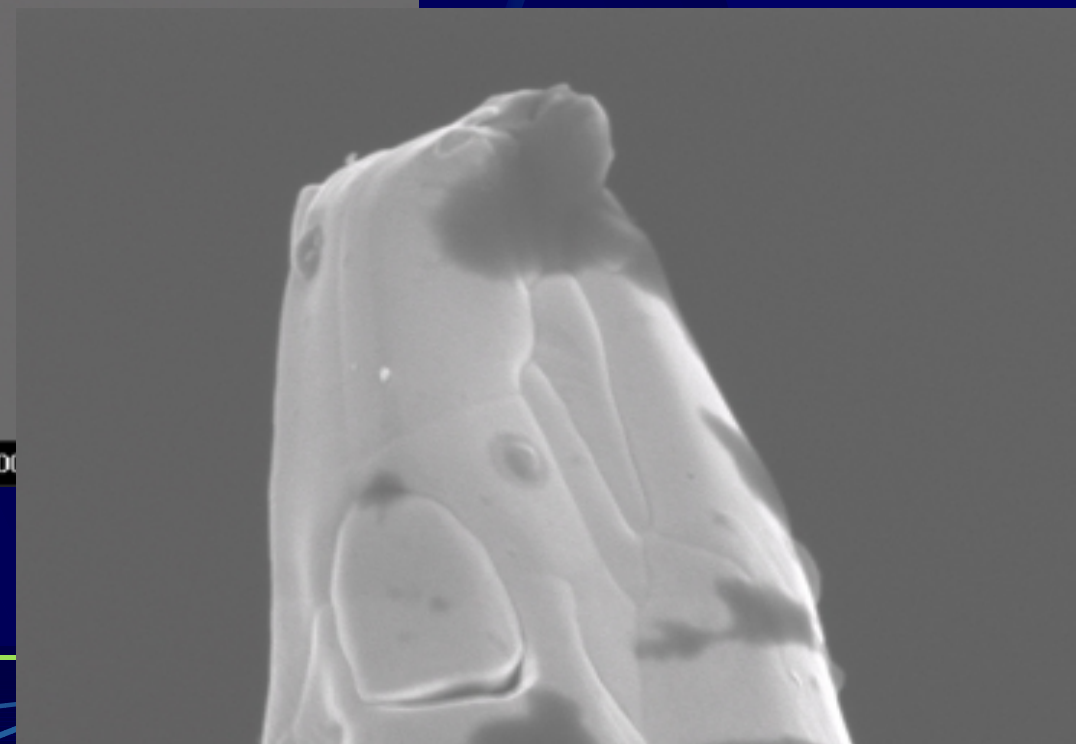




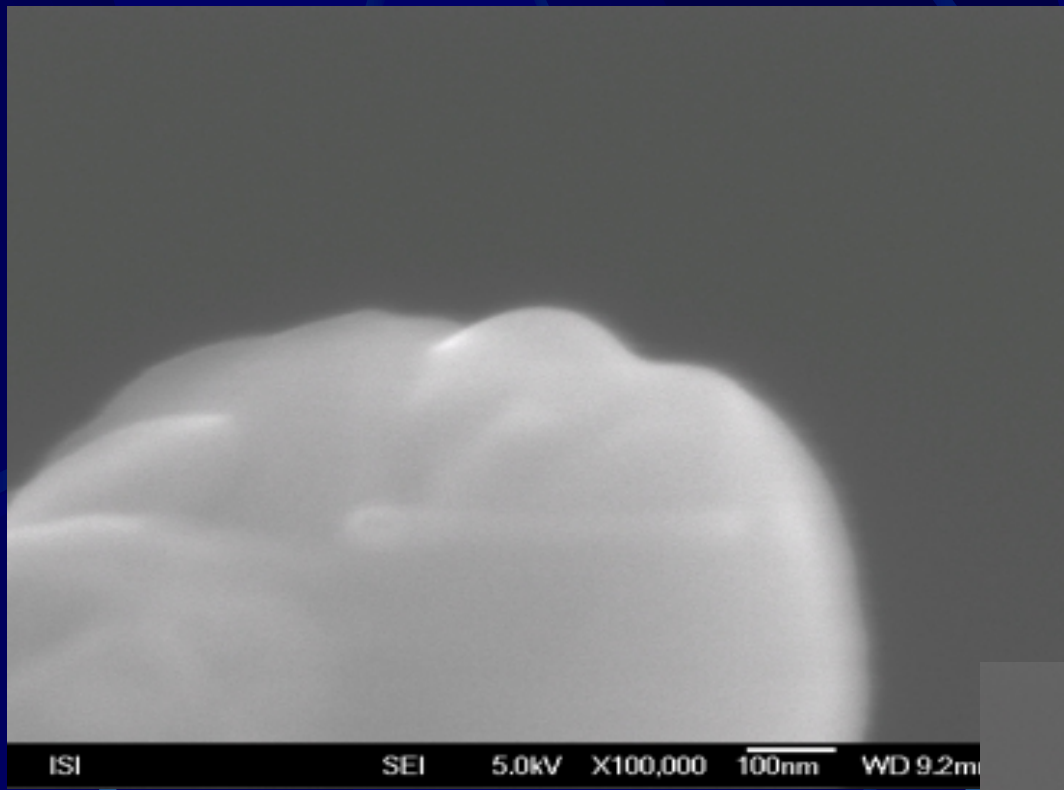
ISI SEI 5.0



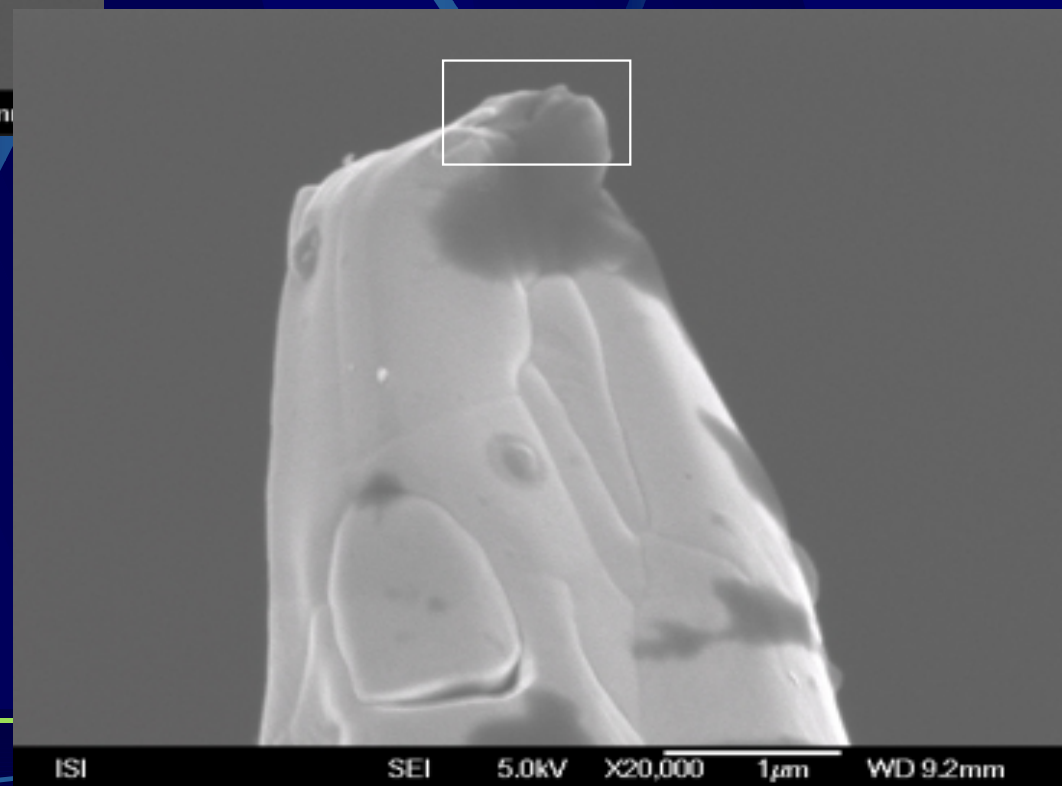
ISI SEI 5.0kV X5,000



ISI SEI 5.0kV X20,000 1μm WD 9.2mm



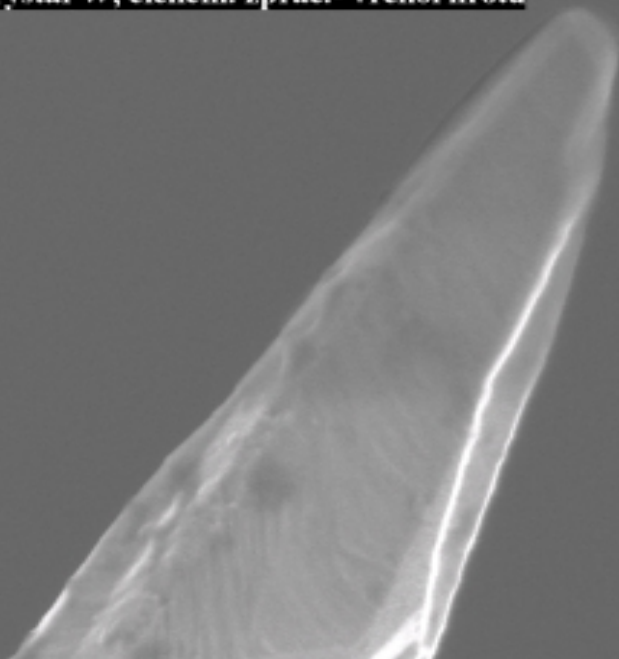
ISI SEI 5.0kV X100,000 100nm WD 9.2mm



ISI SEI 5.0kV X20,000 1µm WD 9.2mm

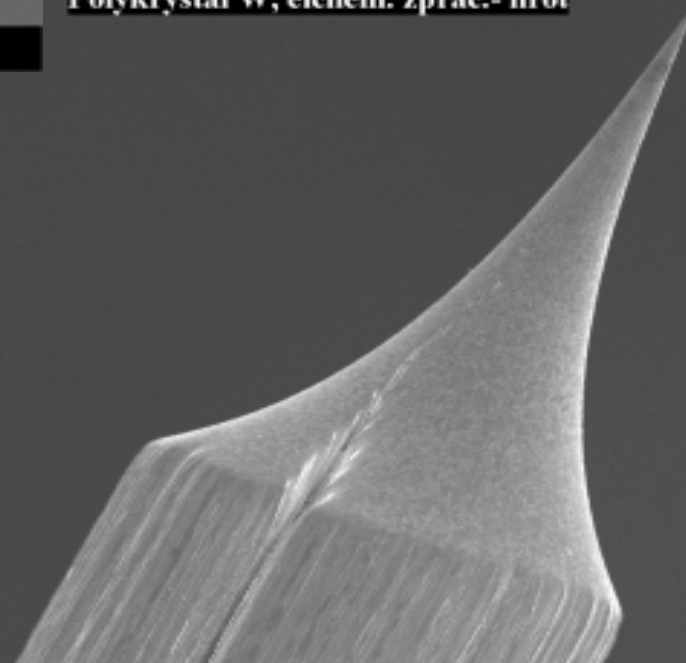


Polykrystal W, chem. zprac.- vrchol hrotu



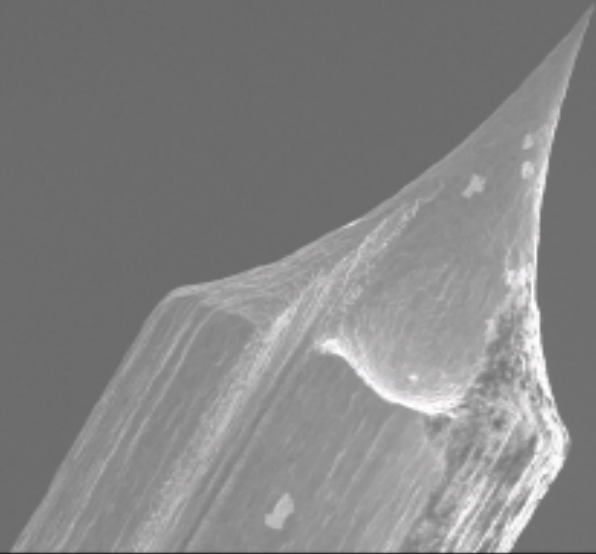
ISI SEI 5.0kV X30,000 100nm WD 9.1mm

Polykrystal W, chem. zprac.- hrot



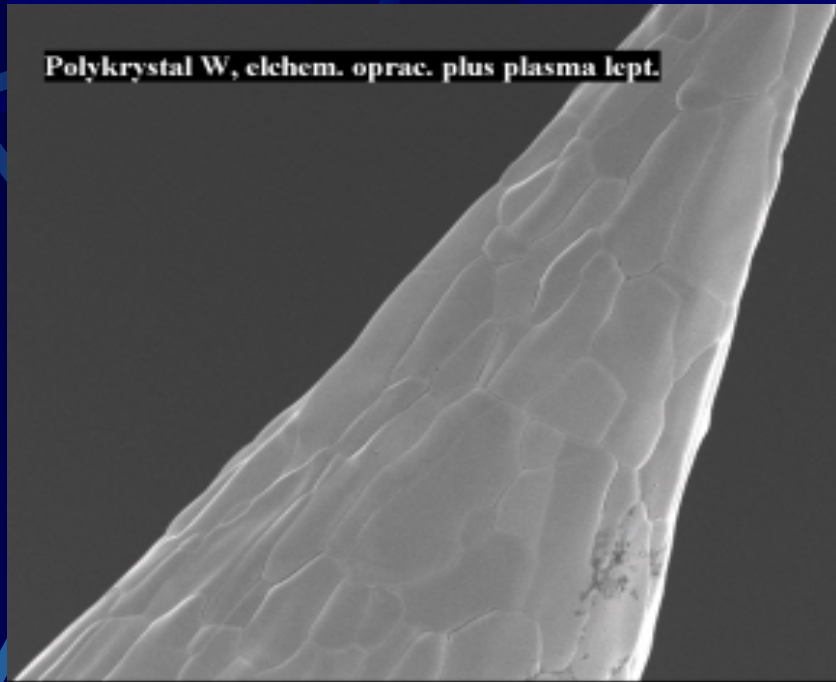
ISI SEI 5.0kV X600 10μm WD 9.1mm

Polykrystal W, elchem. oprac. plus plasma lept.



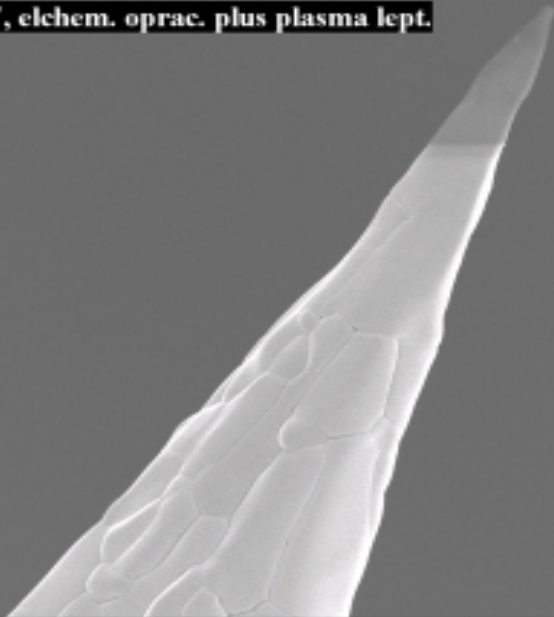
ISI SEI 5.0kV X600 10µm WD 9.1mm

Polykrystal W, elchem. oprac. plus plasma lept.



ISI SEI 5.0kV X5,000 1µm WD 9.1mm

Polykrystal W, elchem. oprac. plus plasma lept.



ISI SEI 5.0kV X5,000 1µm WD 9.1mm

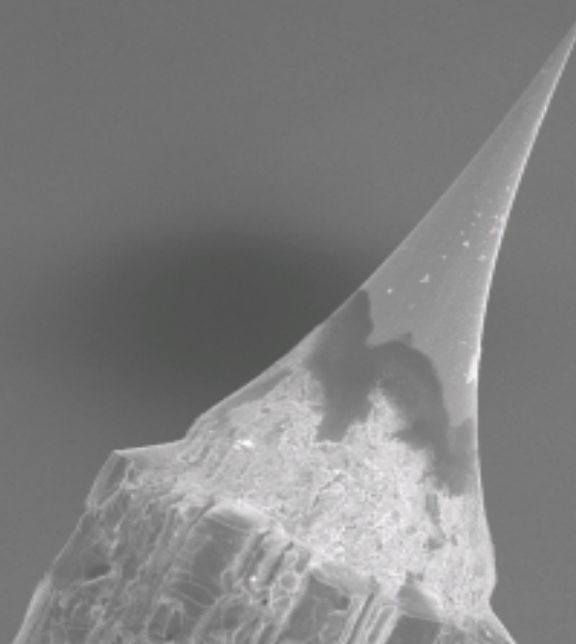
Polykrystal W, elchem. oprac. plus plasma lept.



ISI SEI 5.0kV X5,000 1µm WD 9.1mm

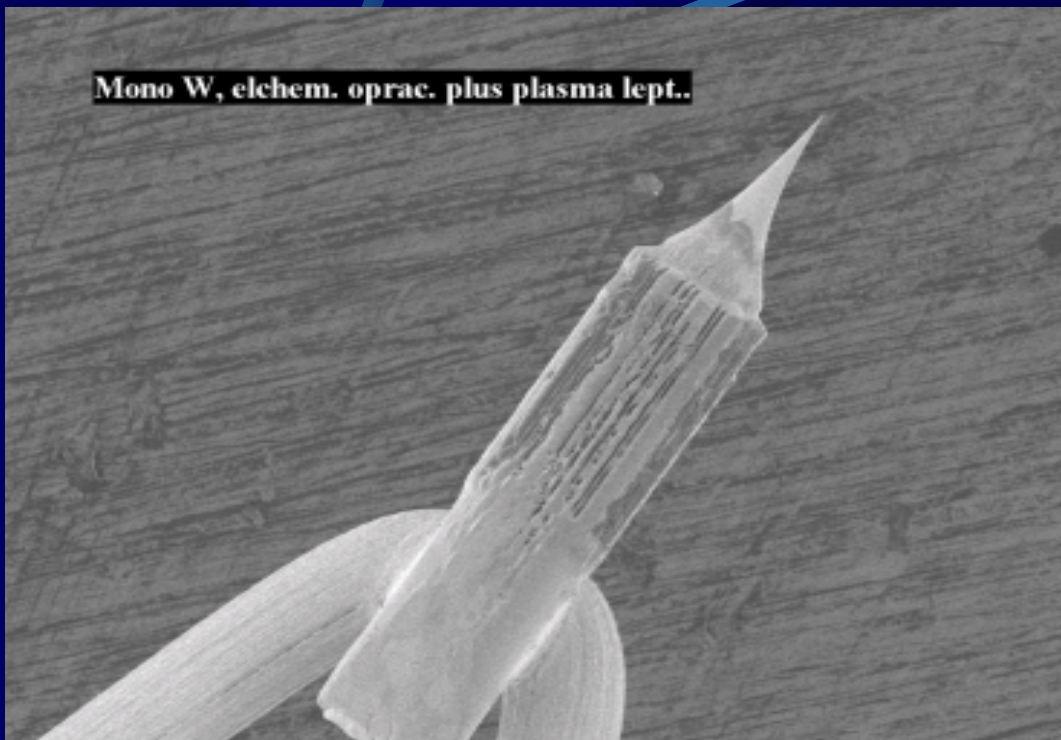


Monokrystal W, elchem. prepar.



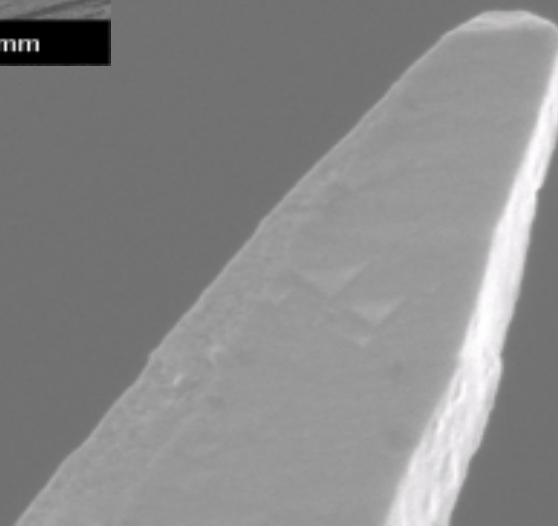
10µm WD 10.0mm

Mono W, elchem. oprac. plus plasma lept..



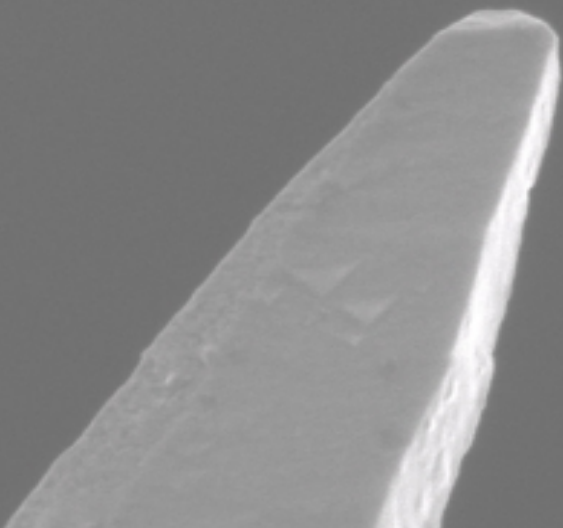
ISI LEI 5.0kV X150 100µm WD 4.3mm

chem. prepar.-vrchol hrotu



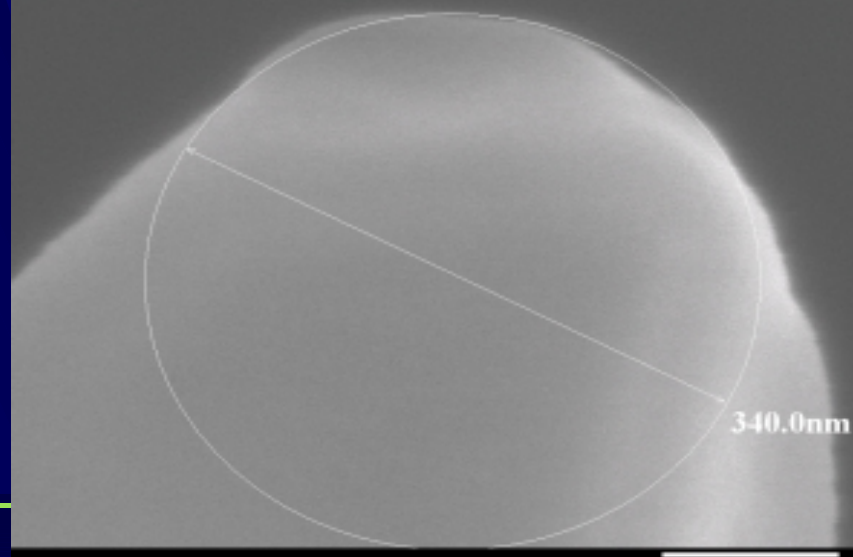
ISI SEI 5.0kV X50,000 100nm WD 10.0mm

Monokrystal W, elchem. prepar.-vrchol hrotu



ISI SEI 5.0kV X50,000 100nm WD 10.0mm

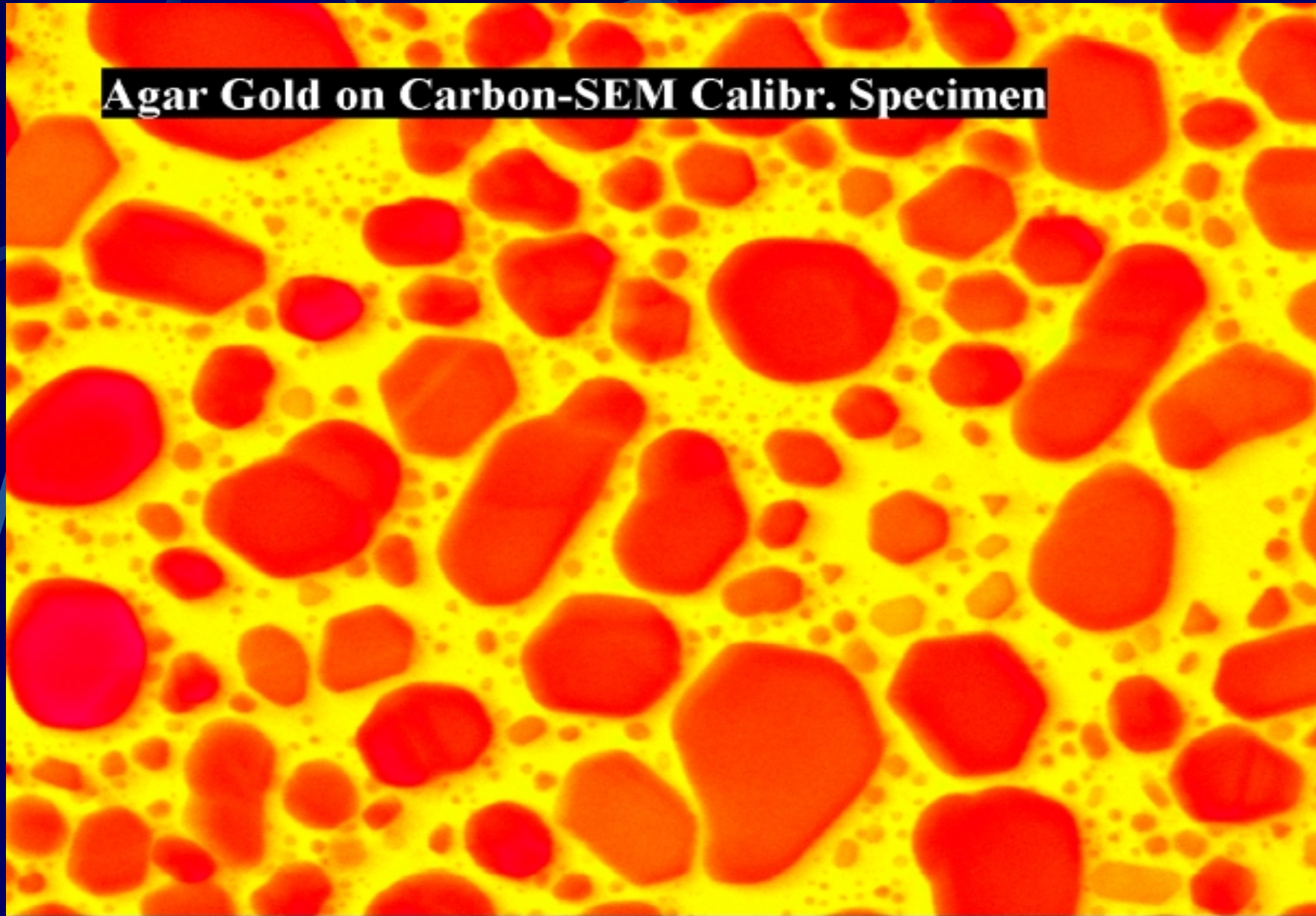
Monokrystal W, elchem. oprac. plus plasma lept.-vrchol



ISI SEI 5.0kV X200,000 100nm WD 10.0mm



**Agar Gold on Carbon-SEM Calibr. Specimen**



ISI

SEI

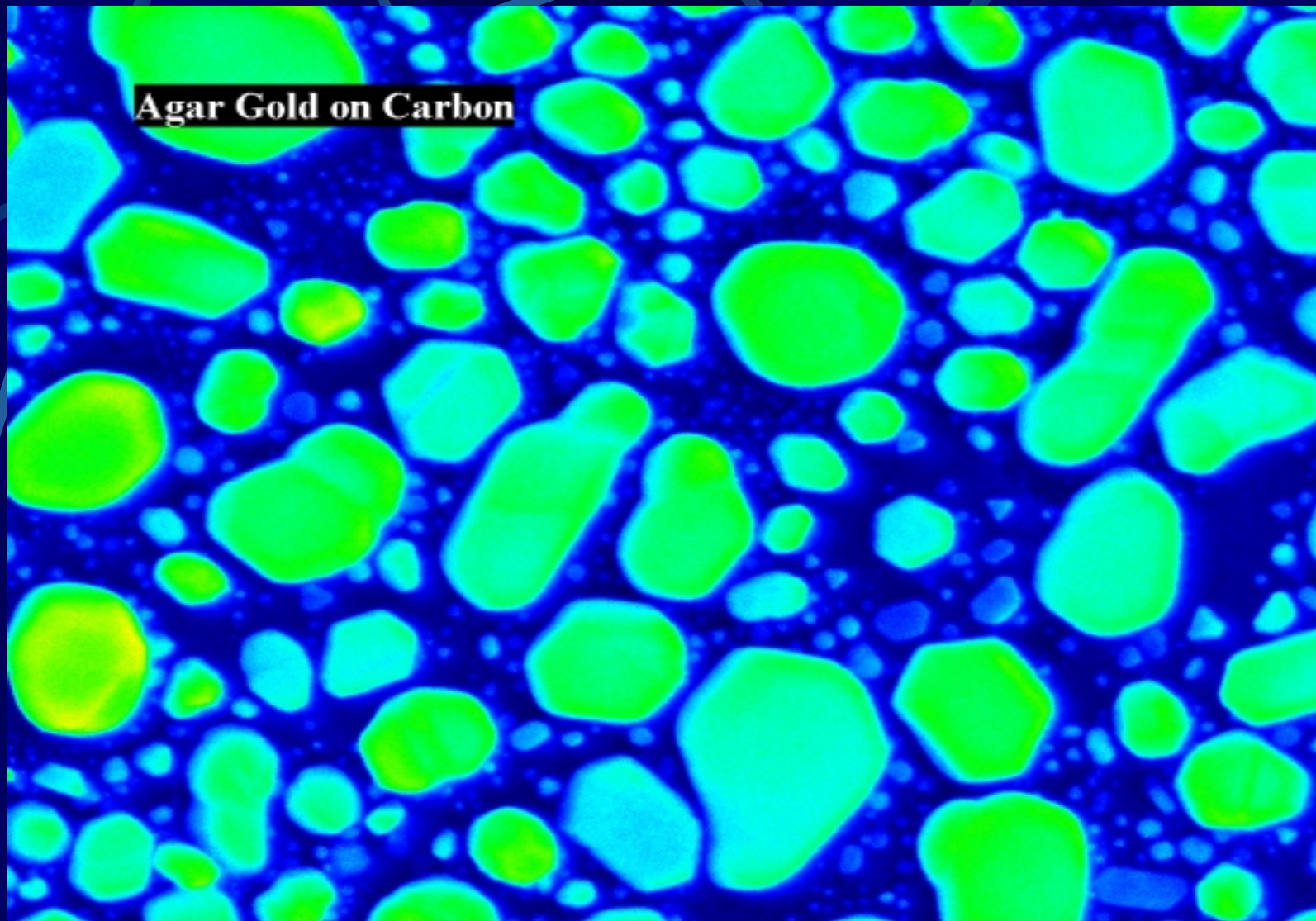
10.0kV

X190,000

100nm

WD 2.6mm

**Agar Gold on Carbon**



ISI

SEI

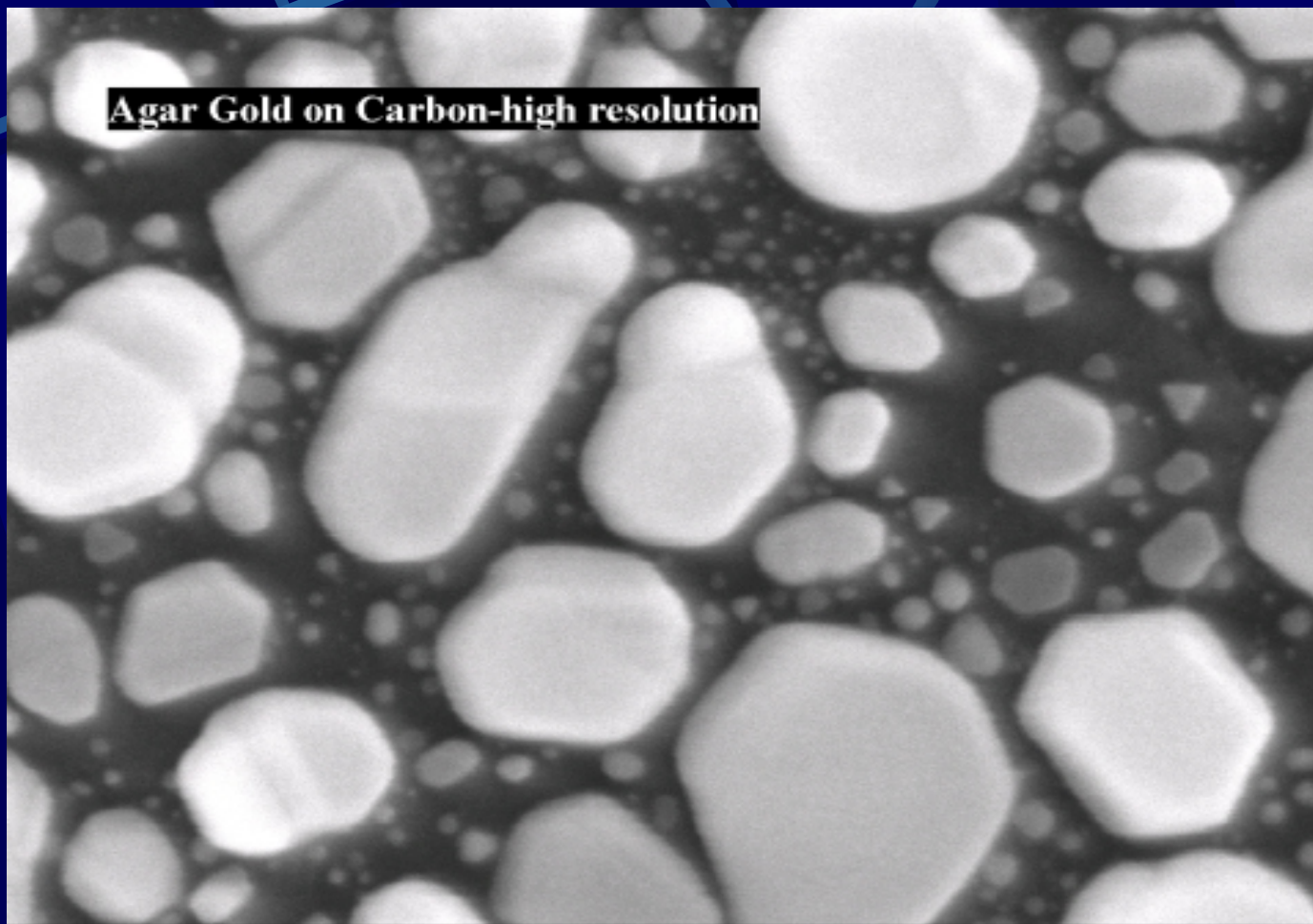
10.0kV X190,000

100nm

WD 2.6mm



**Agar Gold on Carbon-high resolution**



ISI

SEI

10.0kV X300,000

10nm

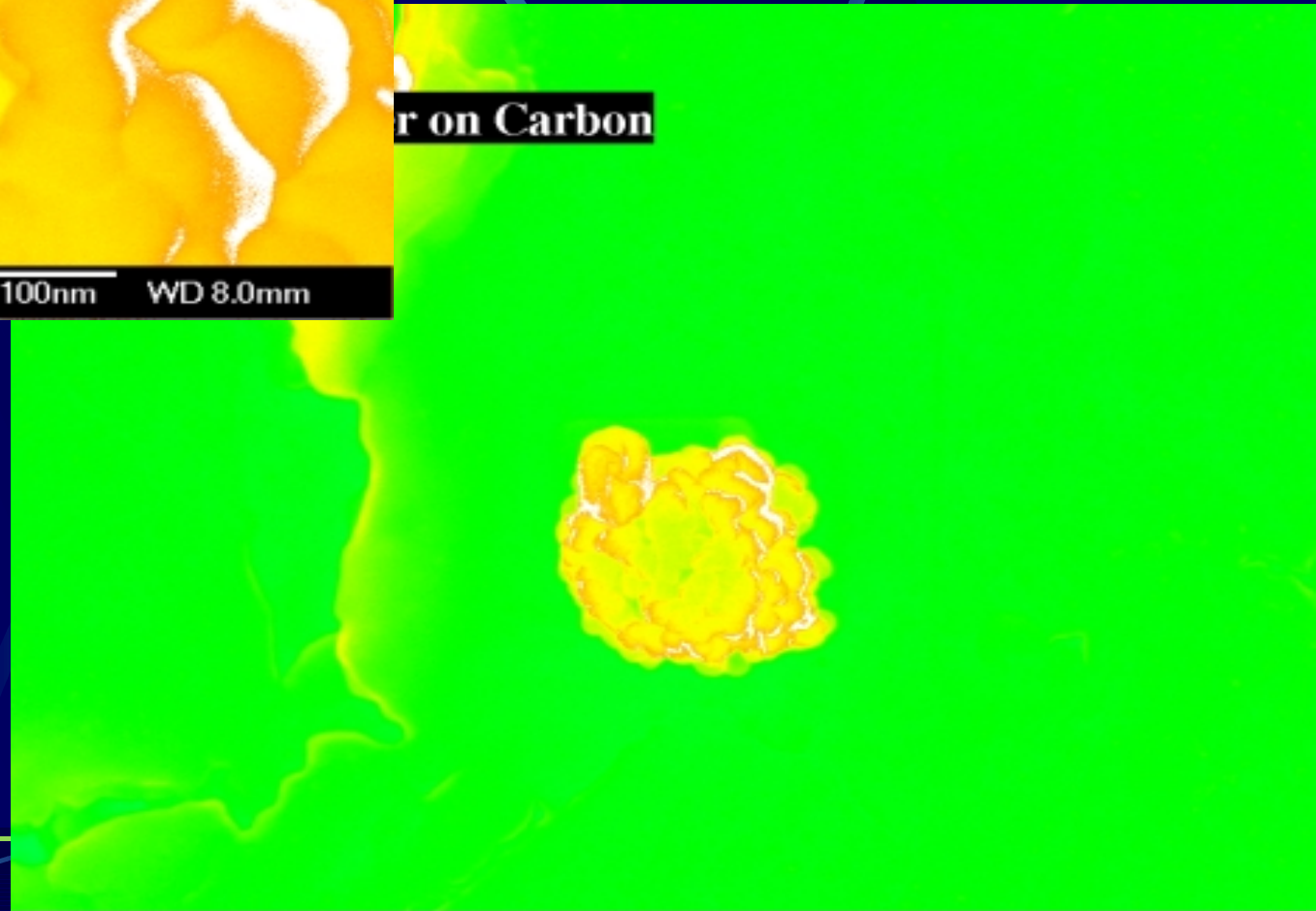
WD 2.6mm

Gold cluster on Carbon-detail



ISI SEI 5.0kV X200,000 100nm WD 8.0mm

Gold cluster on Carbon



ISI SEI 5.0kV X40,000 100nm WD 8.0mm



# Jaký je stav problémů nyní

- Stav mikroskopu se kontroluje pravidelně se na testovacích vzorcích fy Agar /určených pro vysoké rozlišení C-Au/. Tuto činnost je vhodné provádět v pozdních večerních hodinách nebo velmi brzy ráno. Tak se eliminuje podstatně jak vliv mechanických vibrací, tak i rušivého magnetického pole.
- Pozorování vzorků při velkém zvětšení, např. 100 000x a výše, je vhodné zařazovat do pozdějších odpoledních a večerních hodin.
- Nepřiměřeně vysoká teplota v laboratoři byla vyřešena instalací klimatizační jednotky a je udržována na stále hodnotě kolem 24 stupňů.
- Vakuová měrka pro komoru byla zakoupena od tuzemského výrobce a při příležitosti adaptace přístroje na SLEEM byla namontována na společnou přírubu. Je tak možno zjistit hodnotu vakua v komoře a po určitých plánovaných úpravách v elektronice by měla tato měrka součástí být řízení vakuového systému, stejně jak je tomu u originální měrky JEOL.
- Dosud není zajištěn náhradní napájecí zdroj pro iontové vývěvy pro případ výpadku elektrického proudu delší než tři hodiny. To je vysoce aktuální problém, kvůli častým výpadkům elektrického proudu (v průměru 1x za 1 měsíc) dosud naštěstí kratším než limitní 3 hodiny.

# Etapy

- Základní instruktáž a obeznámení se s REM JSM6700F v JEOLcentru pro Evropu ve Francii. 10/2001
- Účast při instalaci přístroje v ÚPT a zaškolení pro práci s ním. Předání přístroje pracovníky JEOL do ÚPT. 12/2001
- Zkušební provoz (spojený s obstaráním nezbytných pomůcek, pro práci se vzorky, ale i samotných vhodných testovacích preparátů, pro kontrolu kvality zobrazení). 1-3/2002
- První vědecký pokus : instalace BE detektoru na tubus mikroskopu, ověření jeho funkčnosti a sledování jeho zobrazovacích možností při různých režimech práce mikroskopu / prof. Aufrata /. 3-5/2002
- Dovybavení pracoviště klimatizací a nábytkem. 5-7/2002
- Druhý vědecký experiment: SLEEM –zobrazení pomalými elektrony / Dr. Mullerová, Dr.Frank/ 8/2002
- Zákaznické využití přístroje- pro zájemce z ÚPT i z jiných pracovišť. průběžně 4-10/2002



# Plány pro zbytek r. 2002 a r. 2003

Pokračování vědeckých experimentů:

Ověřování vlastností nových BE detektorů /prof. Autrata/.

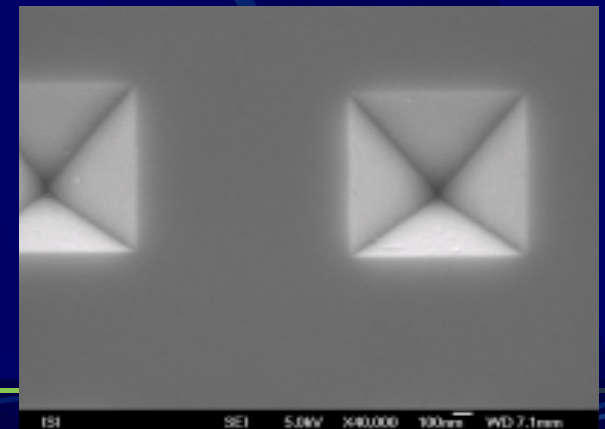
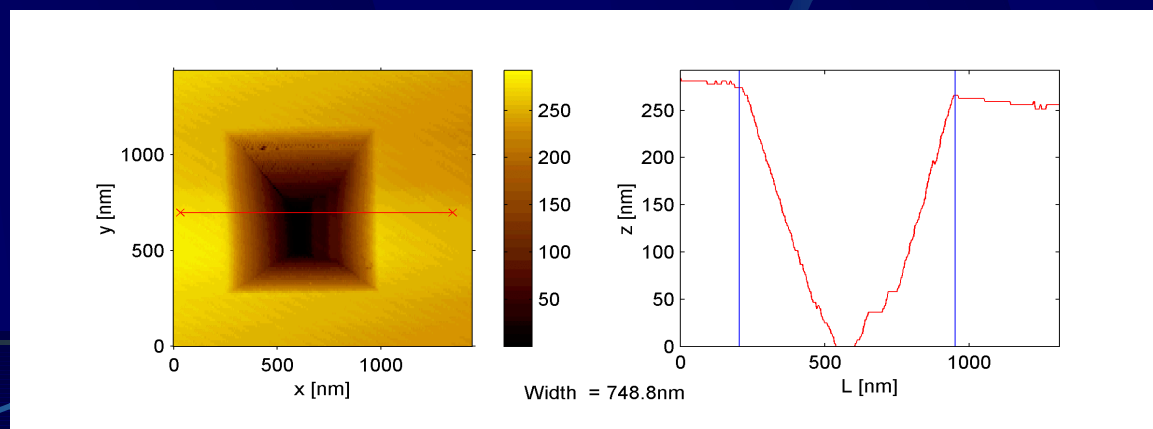
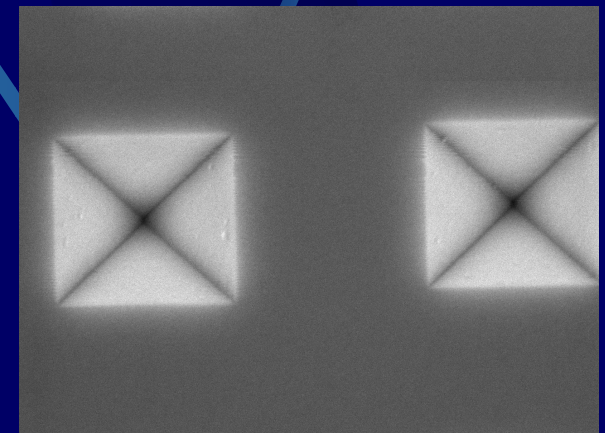
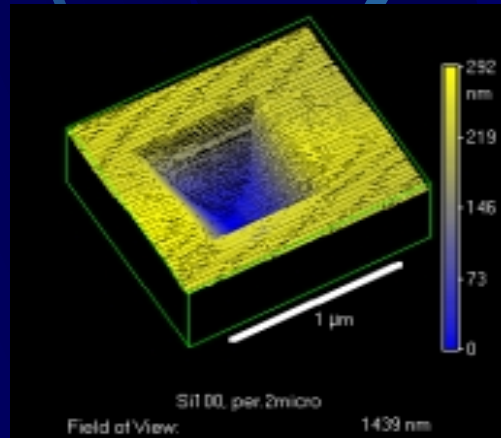
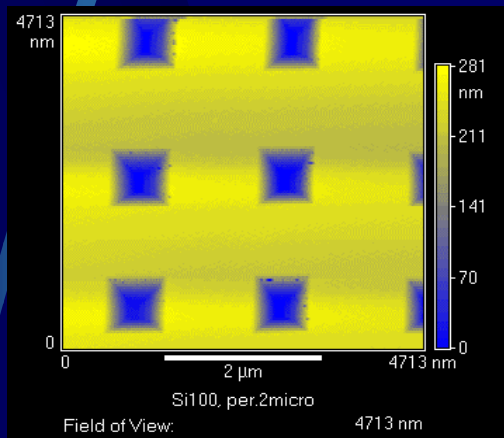
SLEEM /Dr. Mullerová, Dr. Frank/.

Dokončení adaptace spojené s instalací měrky vakua v pracovní komoře mikroskopu.

Využití přístroje pro pozorování a studium vzorků s vysokým rozlišením, zdokonalení pozorovacích metodik a rozšíření spolupráce s jinými pracovišti na eventuálních zakázkách.

# Anizotropně leptané reliéfy v Si (100)

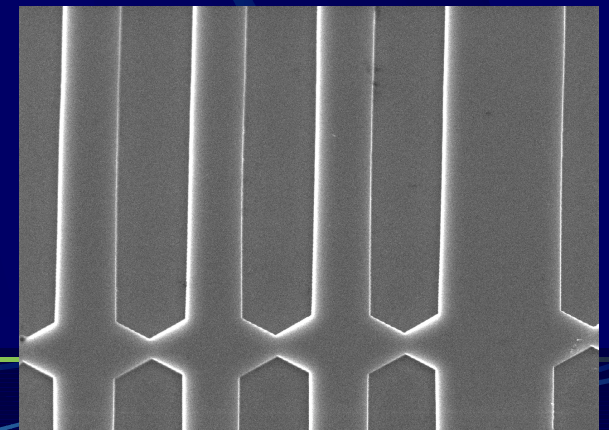
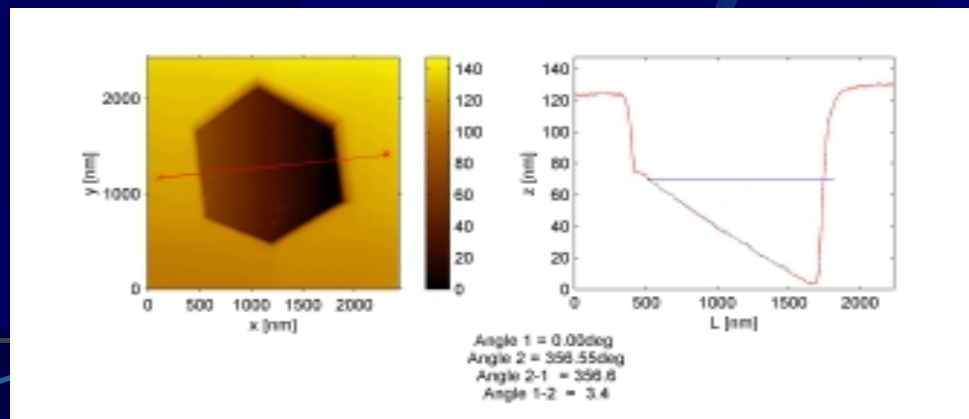
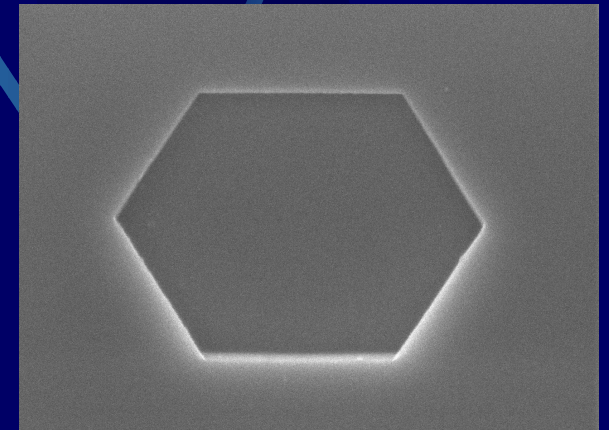
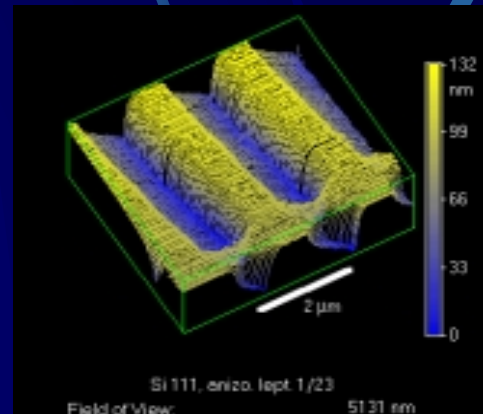
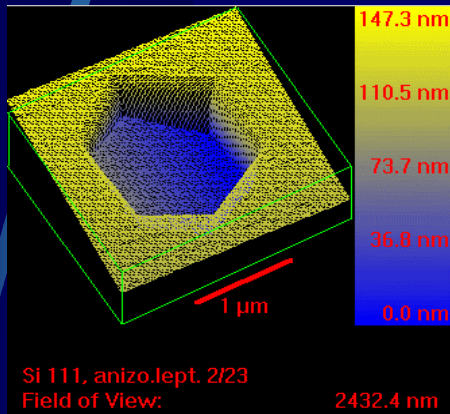
- Srovnání zobrazení stejných reliéfních struktur v SPM a REM ukazuje, že díky rozměrům kantiliveru dává SPM zkreslené informace o hloubce reliéfu i o geometrických rozměrech.





# Anizotropně leptané reliéfy v Si (111)

- Anizotropně leptané reliéfy v Si (111) jsou mělké a SPM poskytuje o geometrii přesnější informace. Analýzou reliéfu ze snímků z SPM je možné odhalit a stanovit číselně velikost odchyly od ideální krystalové orientace. Na snímcích z REM ani při velkých zvětšeních nelze tuto informaci získat.



# Poděkování

## Děkujeme

- vedení ústavu a vedení oboru elektronové optiky za vstřícnost a velkou podporu,
- prof. Autratovi za důvěru a cit pro to, co kdy a jak udělat, aby věci šly dopředu, za jeho náměty, pramenící z velké zkušenosti,
- Mgr. Matějkovi, neboť nám pomohl když daroval několik prvních vzorků s mikrostrukturami pro testování přístroje v době, kdy jsme ještě žádné neměli,
- Milanu Matějkovi, za podporu v PC technice,
- a dále také i mnohým ostatním pracovníkům ústavu, kteří nám vždy ochotně pomohli při řešení nejrůznějších potíží, které vždy jsou spojeny s budováním nového pracoviště.



# Děkujeme za pozornost

