ИССЛЕДОВАНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ ЭКЗОЭЛЕКТРОННОЙ ЭМИССИИ – АВТОМАТИЗАЦИЯ УПРАВЛЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОМ, СБОРА И ОБРАБОТКИ ДАННЫХ, А ТАКЖЕ СБОР И ГЕНЕРАЦИЯ ЭКЗОЭЛЕКТРОНОВ

А.О. Голубок, А.А. Дюбарев, А.К. Чуркина

В работе исследуется локальная экзоэлектронная эмиссия для последующей разработки на его основе нового метода качественной и количественной диагностики твердых образцов с использованием комбинированных методик электронной и сканирующей зондовой микроскопии и спектроскопии.

Введение

Экзоэлектронная эмиссия (ЭЭЭ), в изначальном определении – это испускание электронов холодной металлической поверхностью при механическом воздействии на неё. Эффект экзоэлектронной эмиссии был открыт немецким физиком И. Крамером в 40-х годах XX века. Крамером было установлено, что испускаемые электроны имеют энергию порядка одного электрон-вольта, а эмиссия после холодной обработки металла продолжается в течение нескольких часов или дней. Одно из объяснений экзоэлектронной эмиссии состоит в том, что энергия, необходимая для вылета экзоэлектрона из металла, освобождается при переходе атома из слабо связанного состояния в более сильно связанное состояние на поверхности. Это может произойти в случае изменения поверхности в результате механического (статические или динамические нагрузки) или физико-химического воздействия на неё (окисление, адсорбция, десорбция).

Для выяснения механизма экзоэлектронной эмиссии поверхность подвергают энергетическому воздействию. При этом природа воздействия может быть различной – корпускулярное или электромагнитное излучение, механические колебания, деформационные сдвиги. В этом случае освобождающиеся электроны называют вынужденными экзоэлектронами.

ЭЭЭ наблюдается и при разрушении неметаллических поверхностей, таких как гипс, кварц, пирит, флюорит, и даже на полимерных материалах [1]. ЭЭЭ используется как показатель радиационных повреждений, при исследовании развития трещин в твердых телах (особенно в ходе усталости), а также для изучения процессов адсорбции и химических реакций, протекающих на поверхности твердых тел.

До сих пор механоактивация применялась как средство дополнительной стимуляции образца при изучении термо- и фотостимулированной экзоэлектронной эмиссии [2]. При этом механоактивация носила исключительно интегральный характер (например, воздействие на поверхность абразивом) – результаты такого воздействия являются усредненными по большой площади. Это воздействие неконтролируемо и, как следствие, невоспроизводимо. Поэтому локализация воздействия и реализация возможности контроля его параметров (площади контакта, силы воздействия), а также их использование для анализа и диагностики поверхности представляют собой большой интерес. Для реализации этого проекта был выбран сканирующий силовой микроскоп, который дает возможность осуществить локальный контакт (с помощью остро заточенного острия) и имеет обратную связь, которая позволяет не только количественно описать параметры контакта, но и поддерживать их постоянными, обеспечивая, таким образом, контроль за воспроизводимостью воздействия.

Процессы контроля силы локального воздействия зонда на образец, а также регистрации результата этого воздействия являются достаточно трудоемкими. Для их осуществления необходима сложная установка, юстировка которой в настоящее время ведется в лаборатории сканирующей зондовой микроскопии и спектроскопии Института аналитического приборостроения при Российской Академии наук.

Одной из главных частей данной установки является модуль генерации и детектирования экзоэлектронов, возникающих при локальном механическом воздействии на поверхность твердого тела. Модуль генерации и детектирования экзоэлектронов представляет собой обычный сканирующий силовой микроскоп, несколько видоизмененный под конкретную задачу – а именно, для получения экзоэлектронов при постукивании зондом по образцу. Во избежание ложного срабатывания системы детектирования экзоэлектронов, а также для возможности контроля зонда и выбора участка поверхности для сканирования этот модуль помещается в высоковакуумную камеру электронного микроскопа. Камера мала по габаритам, и стандартные сканирующие зондовые микроскопы в нее не помещаются. Кроме того, для детектирования как можно большего количества экзоэлектронов детектор электронов должен располагаться как можно ближе к образцу. В связи с этим конструкция силового микроскопа приняла вид, представленный на рис. 1. Система позиционирования образца состоит из пьезостолика 5, на котором с помощью подставки 6 крепится образец 9, и инерционного пьезодвижителя 3, который осуществляет перемещение образца. На этом пьезодвижителе при помощи стойки 4 и крышки 8 крепится датчик 7 с пьезотрубкой, в которую вставлен зонд. На корпусе пьезостолика 1 закреплен кронштейн 2 для крепления вторично–электронного умножителя 10.

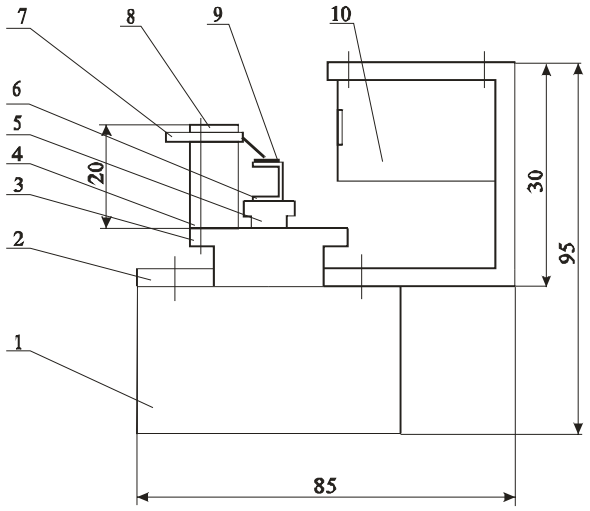


Рис. 1. Схема модуля генерации и детектирования экзоэлектронов

При выборе формы и размеров деталей для крепежа датчика и вторично–электронного умножителя учитывалось несколько факторов. Во–первых, небольшие размеры камеры электронного микроскопа. Во–вторых, расположение всех деталей модуля друг относительно друга. Кроме того, необходимо было учесть, что к датчику локального силового взаимодействия, вторично–электронному умножителю и пьезодвижителям необходимо подводить управляющее напряжение, следовательно, необходимо скомпоновать детали между собой так, чтобы осталось место для крепления разъемов и проводов. Исходя из этих требований, были разработаны чертежи деталей крепежа, по которым они и были изготовлены.

Сканирующий силовой микроскоп может работать в трех режимах: контактном, бесконтактном и полуконтактном. В контактном режиме зонд упирается в образец и отталкивается от него. В бесконтактном режиме зонд удален от поверхности и находится в области действия притягивающих сил. В полуконтактной моде зонд постукивает по поверхности, находясь как в области сил притяжения, так и в области сил отталкивания. Каждый из этих режимов обладает рядом преимуществ и недостатков. Контактный режим наиболее удобен с точки зрения детектирования силового взаимодействия, однако при этом происходит разрушение как поверхности образца, так и самого

зонда. В бесконтактном режиме разрушение отсутствует, однако малы измеряемые сигналы. Поэтому наиболее часто в силовой микроскопии используется полуконтактный режим, при котором вследствие кратковременности контакта воздействие зонда на поверхность минимально, а измеряемые сигналы достаточны для их надежного детектирования. По этим причинам для эксперимента был выбран именно полуконтактный режим работы сканирующего силового микроскопа.

Большое влияние на получение экзоэлектронов при локальном механическом воздействии на образец оказывает качество зонда, а точнее, его аппаратное разрешение (соотношение длины зонда с его толщиной). Зонд не должен быть заостренным, так как при этом он оказывается недолговечным – происходит его быстрое затупление. В то же время зонд не должен быть и тупым, так как при этом увеличивается площадь контакта «зонд – образец». Из–за этого происходит уменьшение количества передаваемой энергии на единицу площади контакта, и энергии для вылета экзоэлектронов может оказаться недостаточно.

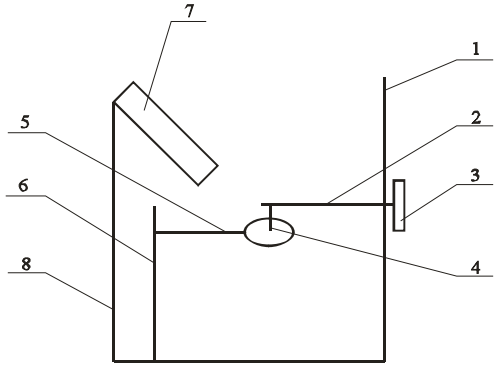


Рис. 2. Схема установки для травления зондов

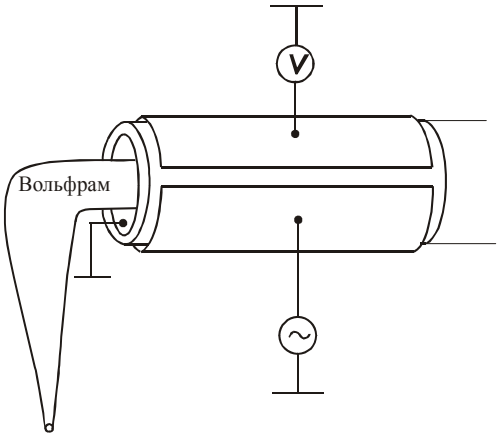


Рис. 3. Пьезокерамический сенсор

Установка для изготовления зондов представлена на рис. 2. Заточка острия производится методом электрохимического травления. Кольцо из золотой проволоки опускают в пятипроцентный раствор гидроксида натрия NaOH или калия KOH. За счет поверхностного натяжения капля раствора удерживается в кольце, в которое на штативе опускают заготовку для зонда. Контроль глубины погружения заготовки в каплю раствора производится с помощью обычного оптического микроскопа. Далее между заготовкой и кольцом пропускают ток. По окончанию травления зонд промывают водой, просушивают, после чего он готов к использованию. Датчиком положения зонда служит пьезокерамический сенсор, схема которого представлена на рис. 3. На этот сенсор нанесены два электрода. На один электрод подается синусоидальное напряжение с час-

тотой, близкой к резонансной частоте сенсора. Это напряжение производит раскачивание сенсора с амплитудой в несколько нанометров. Со второго электрода снимается сигнал, пропорциональный амплитуде колебаний сенсора.

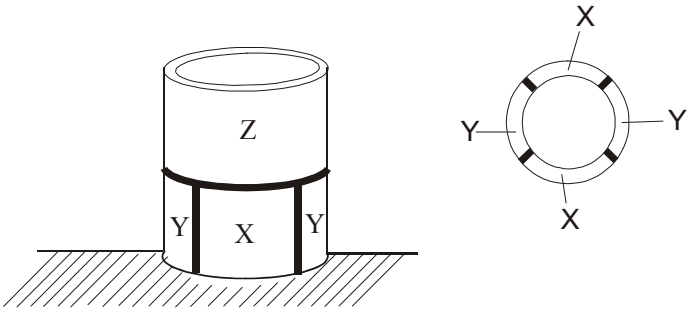


Рис. 4. Пьезокерамический сканер

Для перемещения образца используется пьезокерамическое сканирующее устройство (рис. 4). Пьезокерамическая трубка, из которой состоит устройство, при подаче напряжения может изгибаться по осям *X* и *Y*, а также удлиняться и сокращаться по оси *Z*.

Использование модуля генерации и детектирования потребовало создания специальной схемы управления и автоматизации исследований. Также потребовалось создать ряд переходников для совмещения макета модуля с вакуумной камерой электронного микроскопа. На рис. 5 приведена блок–схема макета устройства для автоматизации исследования локальной экзоэлектронной эмиссии на базе сканирующего силового микроскопа, совмещенного с электронным микроскопом и вторично–электронным умножителем, включенным в канал измерения экзоэлектронов.

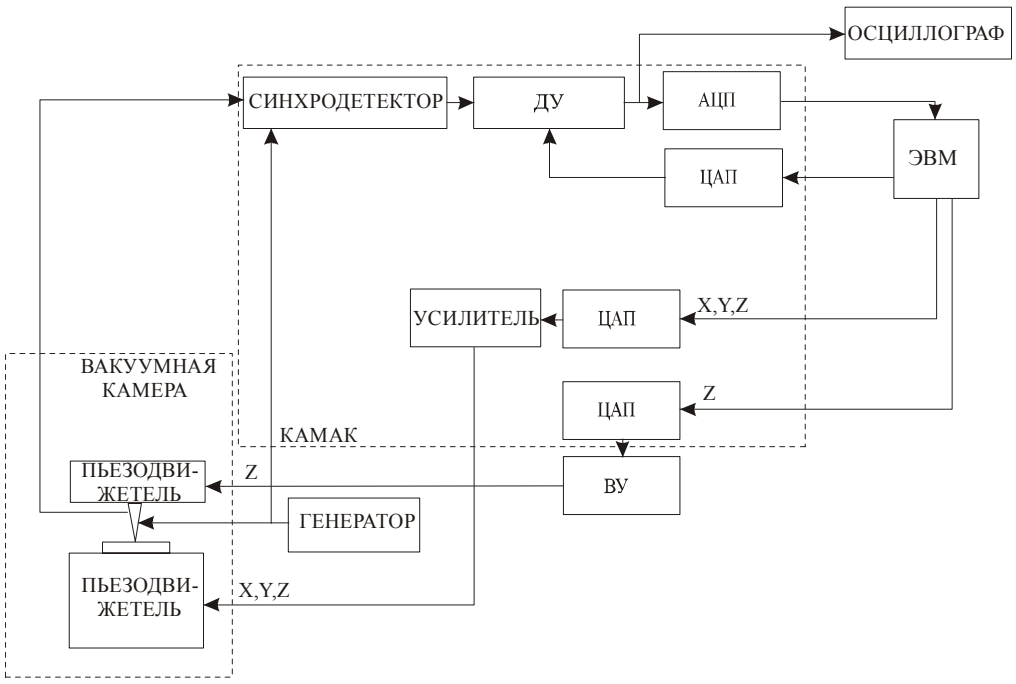


Рис. 5. Устройство автоматизации

С генератора на сенсор поступает синусоидальный сигнал, по частоте близкий к резонансной частоте сенсора. Это приводит к колебаниям сенсора на данной частоте. С сенсора сигнал поступает на синхродетектор, который выдает амплитуду поступающе-

го сигнала на частоте, задаваемой генератором. Далее амплитуда, в виде напряжения, поступает на дифференциальный усилитель, на второй вход которого подается опорный сигнал, пропорциональный силе взаимодействия зонд–образец (этот сигнал задается заранее с помощью персонального компьютера). Результат поступает на осциллограф для контроля, и через АЦП – в компьютер для обработки.

Связь с персональным компьютером осуществляется при помощи интерфейса КАМАК. КАМАК представляет собой модульную систему, предназначенную для связи измерительных устройств с цифровой аппаратурой обработки данных (в большинстве случаев его роль выполняет компьютер). Интерфейс КАМАК позволяет управлять устройствами, находящимся на одной шине с контроллером, который принимает команды от персонального компьютера и интерпретирует их в команды, понятные устройству. Интерфейс КАМАК представляет собой относительно недорогую и гибкую систему, что является достаточно веским основанием для его использования. Персональный компьютер по поступившему сигналу подает через ЦАП управляющие импульсы на пьезодвижители.

Сканирующий силовой микроскоп работает в двух режимах: режиме захвата взаимодействия и режиме сканировании. В режиме захвата взаимодействия персональный компьютер выдает управляющие сигнал на пьезодвижитель грубого сближения, сигнал представляет собой пилообразный импульс, благодаря которому пьезодвижитель сначала вытягивается, а затем резко сокращается. Результирующие шаги – 50–100 нм. После каждого шага пьезодвижитель сканирования вытягивается на полную длину для захвата взаимодействия. Управление пьезодвижителем сканирования осуществляется последовательным плавным увеличением и уменьшением напряжения. Если захват не произошел, пьезодвижитель сканирования втягивается обратно и делает следующий шаг. В режиме сканирования работает только пьезодвижитель сканирования, который под управлением персонального компьютера удерживает взаимодействие постоянным. Картина топографии поверхности строится на основе сигнала от дифференциального усилителя.

Для исследования экзоэлектронной эмиссии использовался режим сближения. На дифференциальном усилителе выставляется значение, заведомо большее, чем может получиться в результате взаимодействия. Такой прием позволяет нанести удар, достаточно сильный для получения экзоэлектронов.

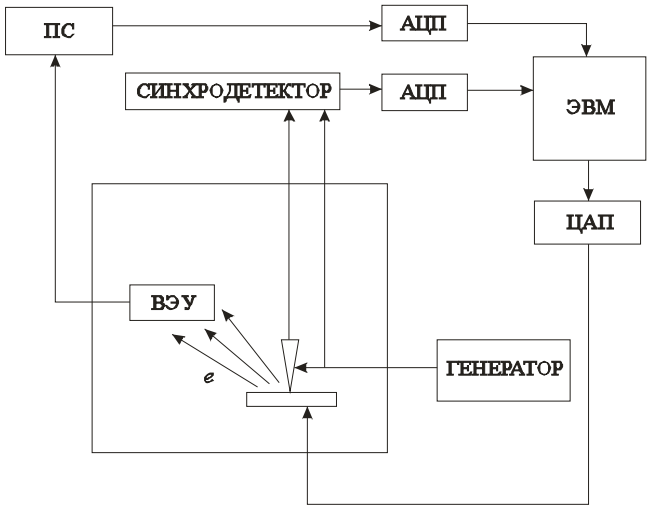


Рис. 6 Блок-схема установки для исследования локальной экзоэлектронной эмиссии

Для чистоты эксперимента и уменьшения шумов модуль генерации и детектирования помещается в вакуумную камеру электронного микроскопа. Фотоэлектронный умножитель электронного микроскопа дает возможность регистрировать экзоэмиссию. Электронный микроскоп используется также для выбора участка сканирования и контроля качества зонда. Схема разработанной установки приведена на рис. 6 [3].

Серия экспериментов, проведенных на макете, позволила построить алгоритм получения локальной экзоэлектронной эмиссии, представленный на рис. 7.

Результат работы алгоритма в виде эмиссии приведен на рис. 8. До появления взаимодействия между зондом и образцом регистрируются только шумы. В момент появления взаимодействия на изображении сигнала возникает резкий всплеск, свидетельствующий о появлении экзоэлектронов и вылете их из образца. После прекращения экзоэмиссии система возвращается в исходное состояние.



Рис. 7 Алгоритм проведения эксперимента

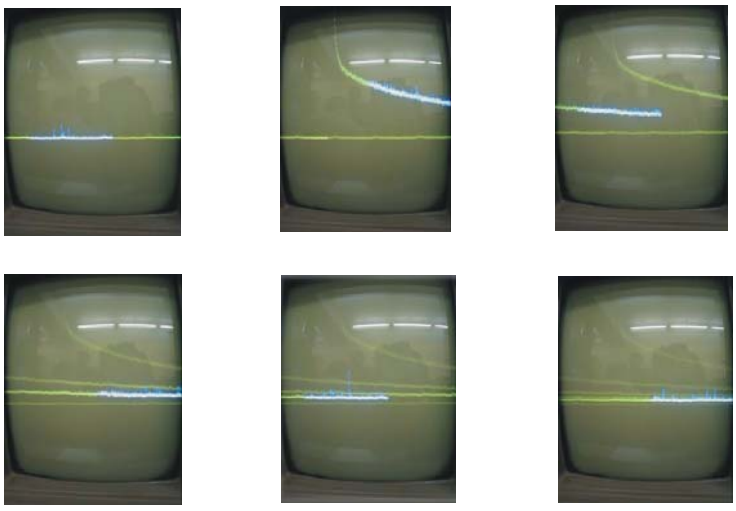


Рис. 8. Результат эксперимента

Заключение

Полученные результаты первичных экспериментов демонстрируют работоспособность установки и позволяют надеяться, что при дальнейших исследованиях, с использованием вторично–электронного умножителя и пересчетной схемы для передачи данных в персональный компьютер, будет зарегистрирован экзоэлектронный спектр. В дальнейшем планируется разработка нового высокоточного метода определения качественного и количественного состава образца, для чего перед вторично–электронным умножителем будет установлен энергоанализатор, включенный по схеме задерживающего потенциала.

Литература

1. Магонов С.Н. Сканирующая силовая микроскопия полимеров и родственных материалов. // Высокомолекулярные соединения. 1996. Т. 38. №1. С.143–182.
2. Клюев В.А., Кутузова О.А., Ревина Е.С., Топоров Ю.П. Влияние механоактивации на экзоэмиссионные свойства активированного угля. // Письма в ЖТФ. 2001. Т. 27. №5. С. 32–35.
3. Голубок А.О., Дюбарев А.А., Керпелева С.Ю., Сапожников И.Д., Чуркина А.К. Локальная электронная экзоэмиссия как метод диагностики материалов. // Научно–технический вестник СПбГИТМО (ТУ). 2003. №9. С. 175–180.