

Miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS



Michał Krzysztof

Dr inż.

Politechnika Wroclawska, Wydział Elektroniki,
Fotoniki i Mikrosystemów, Katedra
Mikrosystemów

ORCID: 0000-0001-7831-3531

michal.krzysztof@pwr.edu.pl

Streszczenie: W artykule przedstawiony jest pierwszy w świecie miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS. Urządzenie dzięki swoim niewielkim rozmiarom, małym poborem mocy, oraz wytrzymałą konstrukcją może być stosowane w miejscach dotychczas niedostępnych, m.in. w misjach kosmicznych do obrazowania próbek pyłów kosmicznych, gleby księżycowej lub marsjańskiej.

Słowa kluczowe: Miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy; źródło elektronów; MEMS; Obrazowanie

Wprowadzenie

Obrazowanie powierzchni próbek jest jednym z najważniejszych elementów badań materiałów. Mikroskopy optyczne w związku z limitem Abbego mają granicę rozdzielczości związaną z długością fali światła użytą do obrazowania (np. dla światła o długości fali 600 nm, rozdzielczość mikroskopu będzie wynosiła ok. 300 nm). Wykorzystanie wiązki elektronów w mikroskopach elektronowych umożliwia wręcz obserwowanie pojedynczych atomów, ale instrumenty te są duże i ciężkie. Jest to uciążliwe, zwłaszcza w badaniach kosmicznych, np. w ramach misji OSIRIS-REx [1]. Dlatego NASA w drugiej dekadzie XXI wieku rozpoczęła prace nad miniaturyzacją mikroskopów elektronowych, które mogłyby posłużyć do wstępnych badań preparatów pozyskanych z powierzchni Księżyca [2, 3], lub Marsa [4]. Przedstawione przez NASA koncepcje (rys. 1) nie doczekały się jednak realizacji.

Taki stan rzeczy został zidentyfikowany przez autora, który w 2014 rozpoczął prace mające na celu opracowanie w pełni mobilnego, autonomicznego, miniaturowego skaningowego mikro-

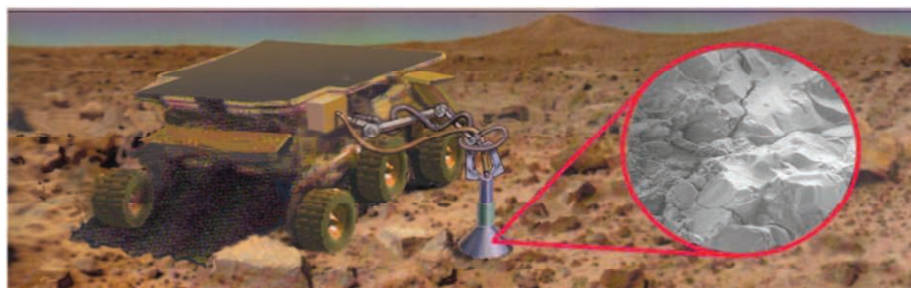
skopu elektronowego (MEMS SEM). W niniejszym artykule przedstawione zostaną wyniki tych prac.

Koncepcja MEMS SEM

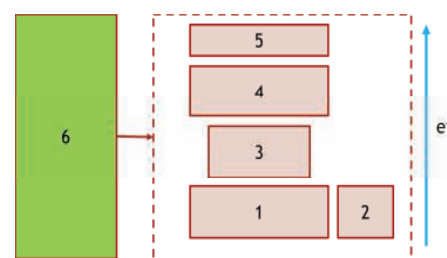
Według autorskiej koncepcji [5] subminiaturowy skaningowy mikroskop elektronowy jest wykonany jako struktura MEMS i będzie zawierał (rys. 2): źródło elektronów (1), mikropompę próżniową (2), kolumnę elektronooptyczną (3) komorę przedmiotową (4) i detektory (5). Do tego zaprojektowano dedykowany układ elektroniczny (6). Jak wspomniano wyżej, wszystkie elementy MEMS SEM wykonano w technologii MEMS z krzemu i szkła. Zastosowanie tych materiałów pozwoliło na wykorzystanie bondingu anodowego [6] do ich próżnioszczelnego połączenia. Według koncepcji autora wewnątrz krzemowo-szklanej struktury, wiązka elektronowa o energii $<5\text{keV}$ jest emitowana z katody (1), a następnie jest skupiana do niewielkich rozmiarów i skanowana po próbce (4) za pomocą odpowiedniego układu elektrod (3). Zestaw dedykowanych detektorów (5) zbiera sygnały elektronowe, z których odtwarzana jest powierzchnia preparatu.

Realizacja MEMS SEM

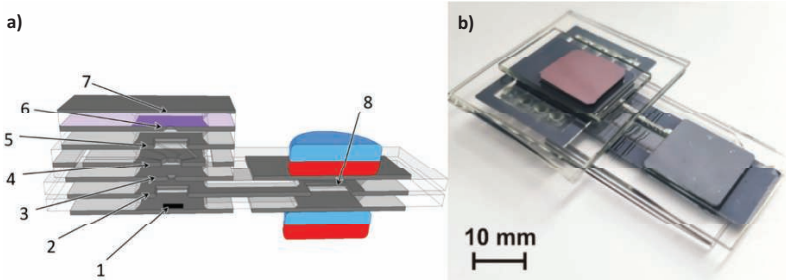
Jak wspomniano od 2014 trwały prace nad opracowaniem poszczególnych elementów MEMS SEM oraz nad jego integracją w jednolity system [7–12]. Najkorzystniejszym emitorem umożliwiającym otrzymanie wiązki elektronowej o najmniejszym przekroju okazał się krzemowy emiter wykonany za pomocą techniki ablacji laserowej [13]. Emiter taki charakteryzuje się niewielką średnicą ostrza $< 100\text{ nm}$ oraz bardzo stabilną pracą emitera wykonanego z krzemu typu p. Soczewka elektrostatyczna, która ma kwadratowe otwory wytworzone metodą mokrego anizotropowego trawienia krzemu, może zmniejszyć początkowy rozmiar plamki wiązki elektronów 3,5 razy [9]. System skanowania wykorzystujący krzemowy oktopol ma krok skanowania 27 nm (dla energii wiązki elektronów 4 keV i odległości roboczej 1 mm) [10]. Wyniki testów poszczególnych elementów MEMS SEM, prowadzą do oszacowania rozdzielczości opracowywanego urządzenia na 50 nm. Ukończenie prac nad wymienionymi elementami umożliwiło realizację mikroskopu na chipie zgodnie ze schematem realizacyjnym przed-



1. Wizualizacja łazika na powierzchni Marsa wyposażonego w miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy o zmiennym ciśnieniu (MVP-SEM) [4]



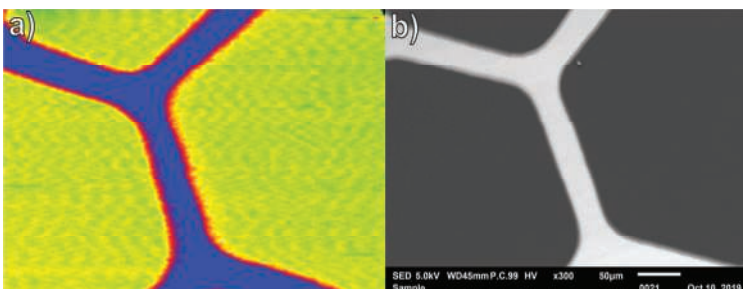
2. Schemat blokowy MEMS SEM



3. Miniaturowy skaningowy mikroskop elektronowy MEMS: a) schemat: 1 – krzemowa katoda z emiterym w postaci nanorurek węglowych, 2 – elektroda ekstrakcyjna, 3 – apertura ogniskująca, 4 – oktopol, 5 – detektor elektronów wstecznie rozproszonych, 6 – anoda z membraną z azotku krzemu (detektor elektronów absorbowanych), 7 – detektor elektronów transmitowanych, 8 – mikropompa próżniowa; b) gotowe urządzenie

stawionym na rysunku 3a.

Kluczowym punktem w budowie MEMS SEM jest szczelne zamknięcie chipu urządzenia. Możliwe to jest po ścisłym połączeniu krzemowych i szklanych komponentów za pomocą bondingu anodowego [6]. Takie połączenie jest trwałe i próznouszczelne, co powoduje, że nie jest możliwe umieszczenie preparatu wewnątrz mikroskopu, jak ma to miejsce w klasycznych rozwiązaniach. W prezentowanym tu rozwiązaniu zastosowano ciekłą membranę z azotku krzemu o grubości 100 nm [12], która umożliwia utrzymanie wysokiej próżni wewnątrz MEMS SEM, jednocześnie umożliwia transmisję elektronów na zewnątrz mikrosystemu do preparatu, który będzie ułożony na membranie. Za wytworzenie i utrzymanie wysokiej próżni w MEMS SEM odpowiedzialna jest subminiaturowa jonowo-sorpcyjna mikropompa próżniowa MEMS [14], która dołączona jest do mikrokolumny z boku. Pompa wytwarza próżnię 10–5 hPa. Za detekcję sygnału elektronowego odpowiadają 3 detektory w postaci krzemowych kolektorów zbierających sygnał elektronów transmitowanych, wstecznie rozproszonych i zaabsorbowanych na próbce [11]. Dla elektrod krzemowych obrazy uzyskane za ich pomocą nie odbiegają znacznie jakością od obrazów wykonanych za pomocą klasycznego skaningowego mikroskopu elektronowego JEOL JSM IT-100 (rys. 4).



4. Obrazy siatki metalowej otrzymane za pomocą MEMS SEM (z lewej) JEOL JSM IT-100 (z prawej)

Podsumowanie

Prezentowano pierwszy na świecie model miniaturowego skaningowego mikroskopu elektronowego MEMS wyposażonego w mikropompę próżniową. Na podstawie otrzymanych wyników eksperymentalnych oszacowano postulowaną rozdzielczość projektowanego urządzenia na 50 nm. Rozdzielczość taka w zupełności umożliwia zastosowanie takiego urządzenia do szybkiej analizy pyłów, w tym pyłów kosmicznych, np. księżycowego regolitu, czy gleby marsjańskiej. Takie zastosowanie możliwe jest dzięki dodatkowym cechom MEMS SEM, tj. urządzenie ma niewielkie rozmiary, jest bardzo lekkie i wytrzymałe mechanicznie oraz pobiera bardzo mało energii. Dalsze prace nad rozwojem MEMS SEM będą kontynuowane. ◀

Materiały źródłowe

- [1] D. S. Laurretta, S. S. Balram-Knutson, E. Beshore, et al. OSIRIS-REx: Sample Return from Asteroid (101955) Benu, *Space Science Reviews* 212, (2017) 925–984.
- [2] J. A. Gaskin, G. A. Jerman, B. D. Ramsey, C. K. Ferguson, T. O. Abbott, S. O'Brien, D. C. Joy, K. G. Thaisen, L. A. Taylor, A. R. Sampson, E. A. Rhodes, E. H. Darlington, B. J. Bussey, R. P. Harvey, and P. D. Spudis, MINIATURE SCANNING ELECTRON MICROSCOPE FOR IN-SITU PLANETARY STUDIES: ELECTRON GUN DEVELOPMENT, 40th Lunar and Planetary Science Conference (2009), March 23-27, 2009 in The Woodlands, Texas.

- [3] Jessica Gaskin, Terry Abbott, Stephanie Medley, Don Gregory, Kevin Thaisen, Lawrence Taylor, Brian Ramsey, Gregory Jerman, Allen Sampson, Ralph Harvey, Miniaturized Environmental Scanning Electron Microscope for In Situ Planetary Studies, NASA Technical Reports Server (<https://ntrs.nasa.gov/citations/20100017162>), March 14, 2010.
- [4] Jessica A. Gaskin, Gregory Jerman, Don Gregory, Allen R. Sampson, Miniature Variable Pressure Scanning Electron Microscope for In-Situ Imaging & Chemical Analysis, 2012 IEEE Aerospace Conference, 3-10 March 2012, Big Sky, MT, USA.
- [5] M. Krysztof, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, A concept of fully integrated MEMS-type electron microscope, Technical Digest of 27th International Vacuum Nanoelectronics Conference IVNC 2014: July 6-10, 2014, Engelberg, Switzerland, 77-78.
- [6] J. Dziuban, Bonding in Microsystem Technology, Advanced Microelectronics series, Springer 2006, The Netherlands.
- [7] M. Krysztof, Field-emission electron gun for a MEMS electron microscope, *Microsystems & Nanoengineering*, vol. 7, nr 1 (2021) art. 43, s. 1-9.
- [8] M. Krysztof, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, K. Adamski, J. Dziuban, Electron optics column for a new MEMS-type transmission electron microscope, *Bulletin of the Polish Academy of Sciences. Technical Sciences* 66 (2018) 133-137.
- [9] M. Krysztof, Design of an Einzel lens with square cross-section, *Electronics*, 10, nr 19 (2021) art. 2338, s. 1-15.
- [10] M. Krysztof, M. Białas, P. Szyszka, T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, Fabrication and characterization of a miniaturized octupole deflection system for the MEMS electron microscope, *Ultramicroscopy*, vol. 225 (2021) art. 113288, s. 1-8.
- [11] M. Białas, T. Grzebyk, M. Krysztof, A. Górecka-Drzazga, Signal detection and imaging methods for MEMS electron microscope, *Ultramicroscopy*, 244 (2023) 113653.
- [12] M. Krysztof, T. Grzebyk, P. Szyszka, K. Laszczyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Technology and parameters of thin membrane-anode for MEMS transmission electron microscope, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 36 (2018) 02C107.
- [13] M. Krysztof, P. Miera, P. Urbański, T. Grzebyk, M. Hausladen, R. Schreiner, Integrated silicon electron source for high vacuum microelectromechanical system devices, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, 42, (2024) 023001.
- [14] T. Grzebyk, A. Górecka-Drzazga, J. Dziuban, Glow-discharge ion-sorption micro-pump for vacuum MEMS, *Sensors and Actuators A: Physical*, 208 (2014) pp. 113-119.