

О СВОЙСТВАХ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ, ВОЗБУЖДАЕМОГО В МАЛОМ ОБЪЕМЕ ЭЛЕКТРОННЫМ ЛУЧОМ

Г. В. Спивак, Л. Ф. Комолова, В. И. Слуев,

Г. В. Сапарин, М. К. Антошин

Описывается стробоскопическая методика в растровом электронном микроскопе (РЭМ), работающем в режиме катодолюминесценции (КЛ). Использование определенной фазы КЛ импульса для построения изображения дало возможность повысить более чем на порядок пространственное разрешение. Метод был применен в исследованиях кристаллов молибдошеллитов.

Стробоскопическая электронная оптика дает возможность принимать люминесцентный сигнал из малого объема. Линейные размеры объема

должны быть много меньше длины световой волны. Это позволяет повысить локальность свето-оптической информации, получаемой от массивного объекта.

Системой для получения оптоэлектронного сигнала может служить растровый электронный микроскоп (РЭМ), работающий в режиме катодолюминесценции (КЛ). Этот оптический сигнал служит для: а) получения изображения [1] или б) вывода света для спектральной диагностики на оптический монохроматор [2]. Разрешение (определенное размерами светящейся области) обычно порядка десятых микрона, т.е. такое же, как и в оптическом микроскопе [3]. Однако, в РЭМ в режиме вторичной электронной эмиссии (ВЭЭ), давно достигнуто сверхоптическое разрешение [4].

В данной работе рассматриваются: механизм формирования катодолюминесценции и условия, которые позволяют по разрешению приблизиться к режиму, даваемому ВЭЭ. Эти условия, определяются: а) величиной радиуса, "освещющего" электронного пучка, б) характером локального электронного облучения, в) временами строчной развертки τ_p и люминесцентного высвечивания τ_s . По пункту "а" требуется: размеры области люминесценции должны быть малыми по сравнению с длиной световой волны. Это осуществляется за счет малого сечения электронного зонда. Обычно радиус зонда меняется в пределах от 5 до 200 Å. Это условие является необходимым, но недостаточным: область рекомбинационного высвечивания, определяющая разрешение, растет во времени за счет диффузии электронов и дырок. В пункте "в" будет показано, как эта трудность нами преодолевается. Переходим к пункту "б". Дабы люминесценция от отдельных мест не накладывалась друг на друга, необходимо возбуждать свет не одновременно, а последовательно. В. К. Аркадьев [5] обратил внимание на такую возможность подавления световых дифракционных явлений. В РЭМ имеет место режим последовательного возбуждения точек объекта, однако надо еще учесть соотношение времен τ_p / τ_s , которое может быть много меньше (1-й случай, быстрая развертка) или много больше (2-й случай, медленная развертка) единицы. При обычном наблюдении КЛ и РЭМ [3] для первого случая возникает ошибка типа "шлейфа" (см. [6], рис. 10), ибо зонд уже ушел из точки, где была возбуждена люминесценция, а ее излучение "приписывается" другому месту. Во втором случае имеет место значительная потеря разрешения. Рассмотрим наши предложения по пункту "в". Зная, что времена [3] для τ_s лежат в пределах $10^{-8} < \tau_s < 10^{-3}$ сек и принявши надлежащее время для τ_p , можно ожидать, что КЛ пробежит фазу высокого разрешения. Разрешение потом теряется из-за запаздывания рекомбинации диффундирующих частиц.

Таким образом, необходимо для выделения этой фазы применить в РЭМ стробоскопическое устройство [4] с клапанной радиосхемой (рис. 1). Ход периодически повторяющихся операций таков: а) на определенное время включается импульсный электронный луч, генерирующий электроны и дырки, б) клапанное устройство сначала закрыто, а затем открывается на нужное время с возможным сдвигом относительно начала импульса генерации частиц. Многократное автоматическое повторение операций "а" и "б" позволяет как выделить интересующую нас фазу явления, так и обеспечить достаточную интенсивность КЛ. На рис. 1 показана схема наблюдения: 1 - колонна РЭМ, 2 - рабочая камера, 3 - ФЭУ, 4 - клапанное

устройство, 5 – усилитель, 6 – видеоконтрольное устройство, 7 – генератор развертки, 8 – генератор коротких стробимпульсов, 9 – приспособление, отсекающее освещдающий электронный луч.

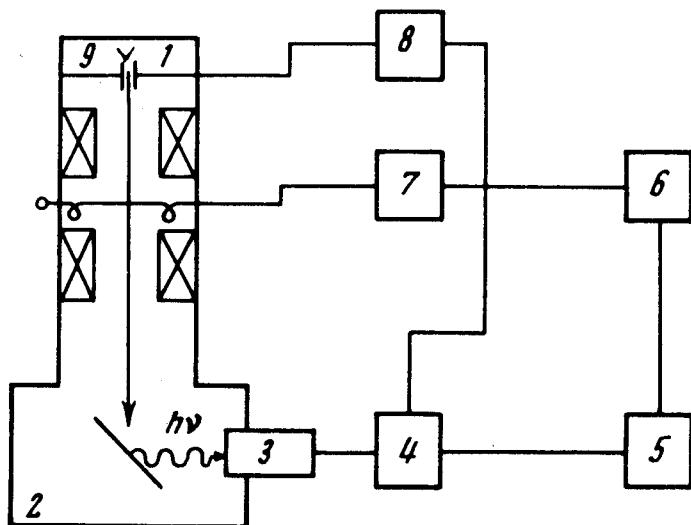


Рис. 1. Функциональная схема КЛ – стробоскопической системы

Параметрами системы также являются :длительность импульса "освещения" электронным лучем, задаваемой крутизной нарастания импульса люминесценции и частота f следования этих импульсов. Ясно, что она должна задаваться условием $1/f \geq t_s$. Дело в том, что, хотя клапанное устройство и не пропускает сильно "запаздывающую" люминесценцию, надо, прежде чем включится следующий импульсный пучок электронов, все же ждать высвечивания объекта. Это ведет к потере средней интенсивности КЛ, что отчасти компенсируется стробоскопическим режимом. На рис. 2 (см. вкл. стр. 102) представлено люминесцентное изображение кристалла шеелита, полученное описанным нами способом. Полезное увеличение $M = 11400$. Рис. 2 сопоставляется с вторичноэмиссионным изображением (рис. 3, см. вкл. стр. 102) и показывает хорошее соответствие. Описанная методика использовалась нами для наблюдения структурных деталей ряда кристаллов, ранее оптически ненаблюденных. Отметим, что получение с высоким разрешением (рис. 2) люминесцентного спектра представляет интерес для выявления химического состава объекта. Микрорентгеновский анализ, дающий информацию лишь о наличии тех или иных элементов, обладает пока разрешением порядка нескольких десятых микрона. Для контроля того, что сепарацией люминесцентного излучения можно обеспечить высокое разрешение, мы произвели расчетные оценки, опирающиеся на уравнение одномерной диффузии. Подсчет подтвердил полученную величину экспериментально наблюденного разрешения.

Может иметь место случай, когда большие времена высвечивания заметно не лимитируют разрешение КЛ. Это происходит тогда,

когда возбуждается люминесценция малых (по сравнению с диффузионной длиной) частиц. Это мы наблюдали, возбуждая люминесценцию лунного реголита в режиме цветной КЛ [7]. Границы этих частиц быстро достигаются рожденными парами, которые рекомбинируя высвечиваются или же отдают свою энергию на границах на безизлучательные процессы. Тогда область высвечивания сильно ограничена, что дает улучшенное пространственное разрешение КЛ [1, 3].

Предложенный нами способ может рассматриваться как искусственное ограничение области высвечивания, дающий улучшение пространственного разрешения сплошного объекта. Заметим, что ожидание пока "запаздывающее" люминесцентное излучение затухает, чтобы снять "шлейф", становится полезным фактором при наблюдении КЛ диэлектриков (сцинтилляторы, биологические объекты, минералы и др.). Тогда, благодаря долгому ожиданию, заряд от пучка электронов успевает стечь [8].

Таким образом ранее предложенная для изучения временных процессов стробоскопическая электронная микроскопия [4] оказывается также эффективной для повышения примерно на порядок пространственного разрешения светооптических систем.

Московский
государственный университет
им М.В.Ломоносова

Поступила в редакцию
13 ноября 1974 г.

Литература

- [1] P.R.Thornton. Scanning El. Microscope. Chapman and Hall, L 1968.
- [2] D.Wittry. Appl. Phys. Lett., 8, 142, 1966; Ф.А.Гиммельфарб, А.В.Говорков, В.И.Фистуль. Зав. лаб., 88, 781, 1972
- [3] L. Reimer, G.Pfefferkorn. Rasterelektronenmikroskopie, Springer Verl, B, 1973.
- [4] Г.В.Спивак, Г.В.Сапарин, М.В.Быков, УФН, 99, 635, 1969.
- [5] W.Arkadiew. Phys ZS, 14, 833, 1913.
- [6] Г.В.Спивак; Г.В.Сапарин, М.К.Антошин. УФН, 113, 695, 1974
- [7] Г.В.Спивак, М.К.Антошин, Н.П.Ильин, Г.С.Сапарин. Сб."Лунный грунт из Моря Изобилия". М, изд.Наука, под ред. А.П.Виноградова, стр.529.
- [8] Г.В.Спивак, М.В.Быков, Г.В.Сапарин, Ю.А.Андреенко. Радиотехника и электроника, 16, 1530, 1971