

Miniaturowy mikroskop elektronowy – koncepcje i możliwości technologiczne

Streszczenie. W artykule przeanalizowano różne próby miniaturyzacji mikroskopów elektronowych lub ich elementów opublikowane w literaturze. Przedstawiono nową koncepcję miniaturyzacji mikroskopu transmisyjnego wytworzonego całkowicie metodami mikroinżynierii krzemu i szkła z wykorzystaniem nowo opracowanej mikropompy wysokiej próżni. Opisano problemy technologiczne, które muszą być rozwiązane, aby mógł powstać mikrosystemowy mikroskop elektronowy.

Abstract. This article analyzes different attempts of electron microscope (and its elements) miniaturization presented in literature. It describes a new concept of miniaturization of a transmission electron microscope, created with use of silicon and glass microengineering techniques, integrated with newly developed high vacuum micropump. Technological problems are described, which must be overcome for MEMS electron microscope to be created. (*Miniature electron microscope – concept and technology capabilities*).

Słowa kluczowe: miniaturyzacja, mikroskopia elektronowa, mikropompa, MEMS.

Keywords: miniaturization, electron microscopy, micropump, MEMS.

doi:10.12915/pe.2014.11.32

Wstęp

Mikroskopy elektronowe od wielu lat są jednym z podstawowych narzędzi poznania materii. Wysokie wymagania co do próżni powodują, że wielkość tych instrumentów jak i ich złożoność jest duża. Od wielu lat trwają intensywne prace nad miniaturyzacją mikroskopów elektronowych. Pierwszym krokiem w miniaturyzacji mikroskopów było zastosowanie wyrzutni polowej, która daje wiązkę bardziej skupioną w porównaniu z wyrzutnią termojonową. Umożliwiło to uproszczenie konstrukcji systemu soczewek elektronowych i zmniejszenie głównego wymiaru kolumny elektrooptycznej do kilkunastu centymetrów. Dodatkowo miniaturyzacja pomp próżniowych, układów sterujących, zasilaczy oraz detektorów spowodowała, że cały system można zmieścić na biurku w obudowie o rozmiarach ok. $15 \times 30 \times 30 \text{ cm}^3$ [1]. Takie urządzenia są już powszechnie dostępne i można je znaleźć w katalogach największych firm produkujących mikroskopy elektronowe, np. Hitachi, JEOL, Carl Zeiss (rys.1) [2].

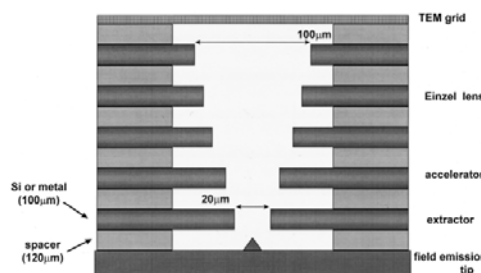


Rys.1. Table top SEM oferowany przez firmę JEOL [2]

W ostatnich latach w literaturze przedmiotu prezentowane są pierwsze rozwiązania miniaturowych wyrzutni elektronów i kolumn elektrooptycznych, które są wytwarzane z zastosowaniem technik mechaniki precyzyjnej. Przykładem takiego rozwiązania jest mikroskop elektronowy do badania powierzchni księżycy (Lunar-mini SEM) [3]. Urządzenie to zostało wytworzone ze standardowych komponentów dostępnych na rynku (np. wyrzutnia elektronowa dostarczona przez firmę Hitachi) i zamknięte w niestandardowej obudowie zaprojektowanej przez NASA. Ze względu na panującą na księżycu wysoką próżnię, w mikroskopie tym nie ma układu pompowania próżniowego.

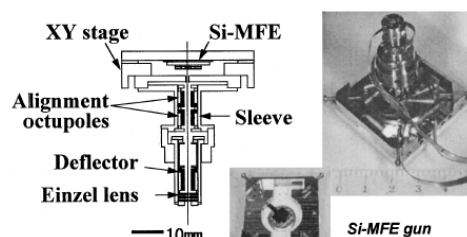
Rozwój technologii i nowe materiały stwarzają możliwości dalszej miniaturyzacji mikroskopów elektronowych za pomocą technik mikroinżynierskich. Z

ich zastosowaniem wykonano kilka mikrosystemów elektronowiaźkowych [4, 5, 6, 7, 8]. Przykładem urządzenia wykonanego w całości w technologii MEMS jest system elektronowiaźkowy wykorzystujący emiter krzemowy do wytworzenia wiązki, która następnie transportowana jest do próżniowej komory roboczej z próbką poprzez cienką membranę (rys.2).



Rys.2. Miniaturowy mikroskop elektronowy [4]

Publikowane są także informacje na temat miniaturowych mikroskopów, które wykonuje się łącząc techniki mechaniki precyzyjnej z procesami mikroinżynierskimi (rys.3). Wyrzutnie elektronowe, soczewki elektrostatyczne, wykonywane są w krzemie, a ich obudowę wytwarza się metodami mechaniki precyzyjnej.



Rys.3. Schemat i fotografia miniaturowej wyrzutni zamontowanej na podłożu ceramicznym [5]

Miniaturowe wyrzutnie elektronów wymagają wysokiej próżni do działania. Dotychczas nie była znana metoda aktywnego wytwarzania wysokiej próżni w małej objętości. Zatem aby zbadać możliwości ich działania systemy te najczęściej umieszczane są wewnątrz standardowych komór próżniowych. W badaniach tych korzysta się z detektorów elektronów stosowanych w mikroskopach w skali makro.

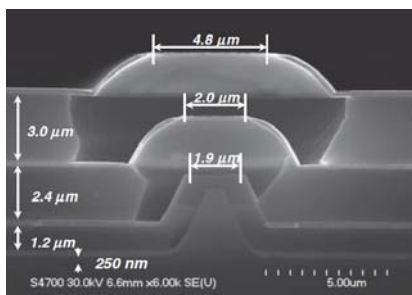
Miniaturowe wyrzutnie elektronowe

Aby zmniejszyć napięcie potrzebne do wywołania polowej emisji elektronów powierzchnię katody poddaje się nanostrukturyzacji, czyli wytwarza się wiele mikroostrzy, których promień wierzchołków jest mniejszy niż 100 nm. Wierzchołki katody ostrzowej są otoczone elektrodą ekstrakcyjną, oddaloną o ok. 1 μm , co powoduje zwiększenie efektywnego pola elektrycznego i znaczne obniżenie napięcia emisji.

Rozwój technologii MEMS pozwala na wytwarzanie miniaturowych wyrzutni z coraz większą liczbą elektrod i dlatego wyrzutnie te zaczęły być wykorzystywane w miniaturowych lampach promieniowania X i w miniaturowych systemach do nanolitografii [5, 6, 9].

Kolejnym zwrotem w technologii wyrzutni polowych było odkrycie nanorurek węglowych (CNT). Ze względu na ich właściwości od razu okrzyknięto je materiałem przyszłości. Wysoka przewodność elektryczna, wytrzymałość termiczna i mechaniczna oraz nanometryczne średnice stawiają je w gronie obiecujących kandydatów do budowy mikroemiterów polowych [9, 10, 11].

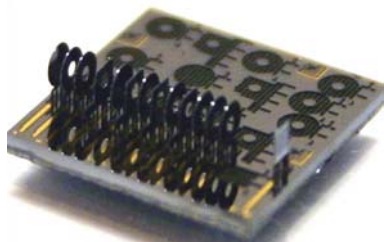
Przykładem kolumny elektronooptycznej wytworzonej za pomocą techniki MEMS jest emiter polowy zintegrowany z zespołem elektrod uformowanych z pomocą tzw. warstwy pościępanej [12] (rys.4).



Rys.4. Zintegrowana wyrzutnia elektronowa razem z elektrodami skupiająco-sterującymi [12]

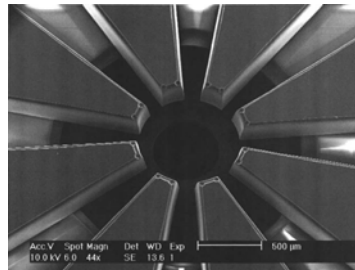
Miniaturowa kolumna elektronooptyczna

W mikroskopach elektronowych, do skupiania wiązki elektronowej, najczęściej stosuje się soczewki magnetyczne. W mikroskali bardzo trudno jest jednak operować polem magnetycznym. W miniaturowych kolumnach elektronooptycznych wykorzystuje się zatem pole elektryczne. Odpowiednio kształtując elektrody oraz ich potencjały można zmieniać prędkość i kształt wiązki elektronów. Soczewki elektrostatyczne (*einzel lens*) składają się zwykle z zespołu trzech koncentrycznych elektrod, z których najczęściej tylko środkowa jest spolaryzowana, pozostałe są zwarte i uziemione [8]. Zmieniając napięcie polaryzacji tej elektrody lub odległości pomiędzy poszczególnymi elektrodami możliwe jest dobranie punktu ogniskowania wiązki elektronów (rys.5) [13].



Rys.5. Przykład kolumny elektronooptycznej wytworzonej w krzemie [13]

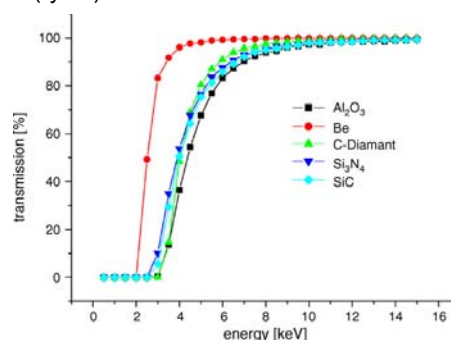
Innym urządzeniem, które służy do sterowania wiązką elektronów jest deflektor. Jest to układ 4 lub 8 elektrod umieszczonych w jednej płaszczyźnie na okręgu. Najczęściej są to wycinki koła odpowiednio wytrawione w krzemie (rys.6) [14]. Polaryzacja tych elektrod tym samym napięciem powoduje ogniskowanie elektronów w osi wiązki, natomiast spolaryzowanie par elektrod napięciem o przeciwnym znaku umożliwia odchylenie wiązki. W ten sposób możliwe jest kierowanie wiązką i realizacja skanowania [5, 6, 7, 14].



Rys.6. Krzemowy deflektor [14]

Analiza próbek

W miniaturowych mikroskopach elektronowych badana próbka umieszczana jest na zewnątrz mikrokomory próżniowej. Aby wiązka elektronów mogła naświetlić próbkę musi ona opuścić mikrokomorę i wejść do obszaru ciśnienia atmosferycznego. W tym celu końcowa elektroda kolumny elektronooptycznej wykonywana jest z cienkiej, przepuszczalnej dla elektronów membrany. Wytwarza się ją z materiałów o niskiej liczbie atomowej, aby rozpraszanie elektronów w strukturze było jak najmniejsze, ale odpowiednio wytrzymałych, aby różnica ciśnienia wewnątrz i na zewnątrz nie zniszczyła mikrokomory. Najczęściej używanymi materiałami są: Si, SiO₂, SiN, Si₃N₄ [4, 9, 15] oraz metale i tlenki metali, np. Be, Al, Al₂O₃ [15, 16]. Transparentność membran zależy od ich grubości oraz od energii elektronów na nią padających (rys.7). Ponieważ przepuszczalne dla elektronów membrany są cienkie wzmacnia się je przez zastosowanie podtrzymującego „szkieletu” (rys.8).

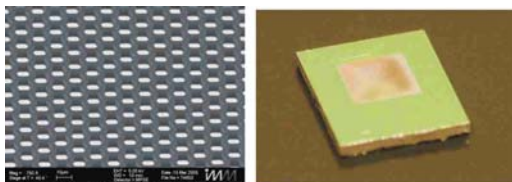


Rys.7. Zależność transmisji elektronów od ich energii, dla różnych membran o grubości 100 nm [15]

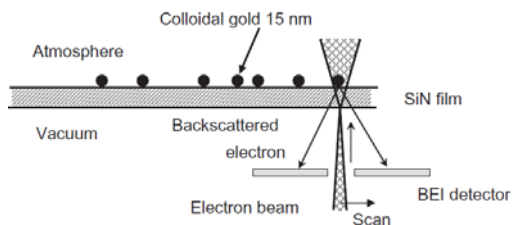
Ostatnio, cienka membrana z azotku krzemu została wykorzystana jako materiał, przez który przenika wiązka elektronów w tzw. atmosferycznym mikroskopie elektronowym (ASEM). Służy on do obserwacji komórek i tkanek umieszczonych na membranie w obszarze ciśnienia atmosferycznego [17]. Elektrony rozproszone przez próbkę są wyłapywane przez detektor ułożony pod membraną, w obszarze próżni (rys.9).

W literaturze przedmiotu opublikowano również konstrukcję mikrochipa, w którym ścianki mikrokanalu z ciekłą próbką wykonano z cienkiej warstwy SiO₂,

przezroczystej dla elektronów. Chip z próbką biologiczną badano w standardowym mikroskopie TEM [18].



Rys.8. Krzemowa siatka (z lewej) jako wspornik membrany Si_3N_4 o grubości 100 nm (z prawej, wymiary membrany: 2,4x2,4mm) [15]



Rys.9. Fragment prototypu atmosferycznego SEM z próbką w postaci koloidalnego roztworu nanokulek złota [17]

Koncepcja miniaturowego mikroskopu elektronowego

Aby wytworzyć wiązkę elektronową wymagana jest wysoka próżnia. Związane jest to z rozpraszaniem elektronów na cząsteczkach gazu oraz szybką degradacją katody przez jony gazów resztkowych. W wypadku dużych mikroskopów elektronowych, zaopatrzonych w systemy próżniowe, objętość komory jest cały czas pompowana. Preparat jest transportowany do wnętrza przez śluzę, a ewentualny gaz, który nacieknie do wnętrza mikroskopu jest odpompowywany przed uruchomieniem wyrzutni.

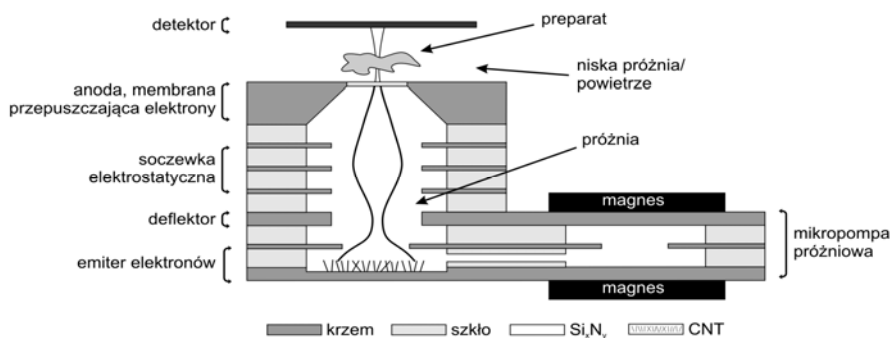
Dotychczas próżnię wewnątrz mikrosystemu otrzymywano przez zastosowanie procesów uszczelniania w próżni, techniki geterów, bądź za pomocą procesu „zintegrowanego” wykorzystującego warstwę poświęconą [19]. Wytwarzana tymi metodami próżnia jest niska (ok. 10^{-3} hPa) oraz degraduje się z czasem. Ostatnio opracowano w naszym zespole badawczym mikropompę jonowo-sorpcyjną MEMS, która umożliwia utrzymanie stabilnej próżni rzędu

10^{-6} hPa, co jest wystarczające do zapewnienia prawidłowej pracy wyrzutni elektronowej.

Przedstawione powyżej studium wykonalności poszczególnych elementów miniaturowego mikroskopu elektronowego wykazuje, iż możliwe jest zbudowanie mikroskopu na chipie krzemowym. Składa się on z wyrzutni elektronowej, w której katoda polowa jest wykonana z nanorurek węglowych (rys.10). Wiązka elektronowa emitowana z obszaru np. $3 \times 3 \text{ mm}^2$ trafia do deflektora, w którym jest skupiana i przepuszczana do obszaru soczewki elektrostatycznej. Zespół 3 elektrod umożliwia skupienie wiązki na cienkiej membranie np. z azotku krzemu. Elektrony po przejściu przez membranę trafiają na umieszczoną na niej próbkę, prześwietlają ją i analizowane są przez detektor.

Drugim elementem systemu jest jonowo-sorpcyjna mikropompa próżniowa, która wytworzona jest na tym samym podłożu krzemowym i połączona z mikrokomorą mikroskopu za pomocą kanału wytrawionego w szkle. Wszystkie krzemowe i szklane elementy połączone są ze sobą metodą bondingu anodowego w próżni, aby zapewnić mikropompie odpowiednie warunki do działania.

Realizacja urządzenia będzie wymagała rozwiązania kilku problemów technologicznych. Jednym z nich jest zapewnienie stabilnej emisji elektronów z nanorurek węglowych i opracowanie metody kompensacji zmian prądu. Innym problemem jest opracowanie wytrzymałej mechanicznie membrany przepuszczającej elektrony o energii ok. 1000 eV. Kolejnym problemem jest wprowadzenie badanej próbki w obszar roboczy. Planowane jest to za pomocą kanału mikroluidycznego z otworem w centrum membrany, tak aby ulokować wprowadzoną próbkę dokładnie w osi wiązki. Ważnym problemem do rozwiązania jest opracowanie metody detekcji sygnału wyjściowego. Detektory wykorzystywane w mikroskopii elektronowej (elektronów wtórnych i wstecznie rozproszonych) mają dość duże wymiary i muszą być ulokowane w odpowiednim obszarze dla wychwycenia właściwego sygnału. Zatem poszukiwanie odpowiedniego detektora, bądź zaprojektowanie nowego będzie dużym wyzwaniem.



Rys.10. Schemat mikroskopu elektronowego MEMS

Podsumowanie

W artykule przedstawiono krótki przegląd literaturowy na temat miniaturyzacji mikroskopów elektronowych. Przenośny mikroskop elektronowy może znaleźć zastosowanie w biologii, biochemii i medycynie. Prezentowane rozwiązania zmierzają do opracowania mikroskopu atmosferycznego, który będzie umożliwiał badanie próbek biologicznych zawieszonych w roztworach ciekowych. Tego typu instrument może służyć również do badania i modyfikacji powierzchni komórek [17, 18, 20].

Następnie, przedstawiono koncepcję budowy miniaturowego mikroskopu elektronowego MEMS, który będzie wykonany na chipie krzemowym metodami mikroinżynierii krzemu i szkła. Jest to urządzenie integrujące polową wyrzutnię elektronów, mikrokolumnę elektronooptyczną i mikropompę wysokiej próżni. Opisano główne problemy technologiczne związane z realizacją tego przedsięwzięcia.

Prace były finansowane z funduszu badań statutowych Politechniki Wrocławskiej.

LITERATURA

- [1] Ryosuke Y. et al., Development of compact field emission scanning electron microscope equipped with multiwalled carbon nanotube bundle cathode, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 25 (2007), nr.2, 640-642
- [2] Broszura katalogowa mikroskopu JCM-5000 firmy JEOL
- [3] Gaskin J.A. et al., Miniature scanning electron microscope for in-situ planetary studies: electron gun development, *40th Lunar and Planetary Science Conference*, 2318 (2009)
- [4] Park J-Y. et al., Fabrication of multiple microcolumn array combined with field emission array, *J. Vac. Sc. Technol. B* 15, 6 (1997) 2749-2753
- [5] Honjo I., Endo Y., Goto S., Miniature electron beam column with a silicon micro field emitter, *J. Vac. Sci. Technol. B* 15, 6 (1997) 2742-2748
- [6] Despont M. et al., Electron-beam microcolumn fabrication and testing, *Microelectronic Engineering*, 30 (1996), 69-72
- [7] Zlatkin A., Garcia N., Low-energy (300 eV) versatile scanning electron microscope with 30 nm resolution, *Microelectronic Engineering*, 45 (1999), 39-46
- [8] Kim H.S. et al., The Assembly of a Fully Functional Microcolumn and Its STEM-Mode Operation, *Journal of the Korean Physical Society*, 43 (2003), nr.5, 831-835
- [9] Cho W., Ono T., Esashi M., Micro proximity electron source with aperture electron window for nanolithography in atmosphere, *IEEE TRANSDUCERS 2007, International Conference On Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems*, (2007), 1581-1584
- [10] Ryu J.H., Kang J.S., Park K.Ch., Carbon Nanotube Electron Emitter for X-ray Imaging, *Materials*, 5 (2012), 2353-2359
- [11] Manabe T. et al., Development of planar x-ray source using gated carbon nanotube emitter, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 31 (2013), nr.2, 02B110-1 - 02B110-4
- [12] Neo Y., et al., Electron optical properties of microcolumn with field emitter, *Japanese Journal of Applied Physics*, 52 (2013) 036603-1-036603-5
- [13] Saini R. et al., Manufacturable MEMS microcolumn, *Microelectronic Engineering*, 78-79 (2005), 62-72
- [14] Weigand H. et al., Microcolumn design for a large scan field and pixel number, *J. Vac. Sci. Technol. B*, 27 (2009) 6, 2542-2546
- [15] Haase F. et al., Electron permeable membranes for MEMS electron sources, *Sensors and Actuators A*, 132 (2006) 98-103
- [16] Doll T. et al., Micro-machined electron transparent alumina vacuum windows, *Sensors and Actuators A*, 87 (2000), 52-59
- [17] Nishiyama H. et al., Reprint of: Atmospheric scanning electron microscope observes cells and tissues in open medium through silicon nitride film, *Journal of Structural Biology*, 172 (2010), 191-202
- [18] Liu K-L. et al., Novel microchip for in situ TEM imaging of living organisms and bio-reactions in aqueous conditions, *Lab Chip*, 8 (2008) 1915-1921
- [19] Grzebyk T., Górecka-Drzazga A., Dziuban J.A., Glow-discharge ion-sorption micropump for vacuum MEMS, *Sensors and Actuators A*, 208 (2014) 113-119
- [20] Hoshino T., Morishima K., Electron-beam direct processing on living cell membrane, *Applied Physics Letters*, 99 (2011), 174102-1-174102-3

Autorzy: dr inż. Michał Krysztof, Politechnika Wroclawska, Zakład Mikroinżynierii i Fotowoltaiki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: michal.krysztof@pwr.edu.pl; dr inż. Tomasz Grzebyk, Politechnika Wroclawska, Zakład Mikroinżynierii i Fotowoltaiki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: tomasz.grzebyk@pwr.edu.pl; dr hab. inż. Anna Górecka-Drzazga, prof. PWR, Politechnika Wroclawska, Zakład Mikroinżynierii i Fotowoltaiki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: anna.gorecka-drzazga@pwr.edu.pl; prof. dr hab. inż. Jan Dziuban, Politechnika Wroclawska, Zakład Mikroinżynierii i Fotowoltaiki, ul. Janiszewskiego 11/17, 50-372 Wrocław, E-mail: jan.dziuban@pwr.edu.pl