

# Фотоэлектронная сканирующая микроскопия с полым острием

А. П. Черкун, Б. Н. Миронов, С. А. Асеев<sup>1)</sup>, С. В. Чекалин

Институт спектроскопии РАН, 142190 Троицк, Россия

Поступила в редакцию 8 апреля 2014 г.

После переработки 22 апреля 2014 г.

Реализован новый тип микроскопии на основе сканирования в вакууме полым зондом, сквозь который пропущен пучок заряженных частиц. Такой подход позволяет контролируемым образом перемещать пространственно-локализованные пучки ионов, электронов, молекул (атомов) и мягкого рентгеновского излучения, а также проводить исследования поверхности в “классическом” зондовом режиме. В фотоэлектронной моде, когда электроны пропущены сквозь 2-микронный кварцевый капилляр, с субволновым пространственным разрешением визуализирован профиль поверхности гадолиния, облученной 400-нанометровыми фемтосекундными лазерными импульсами. Новый метод микроскопии открывает возможность для исследований в области нанолокальной фотодесорбции молекулярных ионов (одна из последних идей В.С. Летохова).

DOI: 10.7868/S0370274X14100087

Использование полого острия вместо стандартной классической иглы позволяет реализовать принципиально новый метод в микроскопии, в котором исследование поверхности может проводиться с помощью пропущенных сквозь очень тонкий канал пучков как заряженных частиц (электронов или ионов), так и нейтральных атомов и молекул, а также коротковолнового электромагнитного (ЭМ) излучения. Отметим, что ранее проводились эксперименты в области пропуска ионов [1] и электронов [2] сквозь микроотверстия в диэлектрических материалах в рамках создания перспективных элементов для управления пучками заряженных частиц [3], а также для изучения сопутствующих процессов внутри непроводящих микроканалов. Для этой цели применялись трековые каналы в полимерных пленках [1]. Большой интерес могут представлять и проводящие материалы. Так, достаточно тонкий проводящий канал может быть основой компактного источника коротковолнового электромагнитного излучения ультракороткой длительности, формируемого с помощью фемтосекундных лазерных импульсов с мегагерцовой частотой повторения (от лазерного генератора) [4, 5].

В качестве одиночного канала может выступать очень острый капилляр. Диаметр сквозного отверстия на его кончике в лабораторной версии способен достигать величины  $\sim 10$  нм [6]. (Существуют также коммерчески доступные кварцевые образцы с диаметром апертуры около 100 нм.) Коллимация пучков в 100-нанометровом капилляре позволила нам сфор-

мировать пространственно-локализованные сгустки электронов [7, 8], ионов [9], мягкого рентгеновского излучения [10] и визуализировать апертуру диэлектрического острия [7–9]. Использование плоского зонда на основе очень маленькой апертуры в сканирующей оптической и микроволновой микроскопии предложено достаточно давно [11]. В настоящей работе впервые продемонстрирована возможность исследования поверхности металла в вакууме с помощью сканирующей фотоэлектронной микроскопии, когда заряженные частицы пропущены сквозь острие на детектор.

Используемая экспериментальная установка (рис. 1) имеет камеру, откачиваемую турбомолекулярным насосом до вакуума на уровне  $10^{-7}$  мм рт. ст. Внутри нее помещен оригинальный сканирующий микроскоп, снабженный 2-микронным кварцевым капилляром. Область сканирования микроскопа может достигать размеров  $20 \times 20$  мкм<sup>2</sup>. Установка также укомплектована модифицированным позиционно-чувствительным детектором заряженных частиц, состоящим из пары микроканальных пластин (МКП) и люминофора-экрана. В эксперименте использована сопряженная с МКП высокочувствительная схема регистрации, позволяющая интегрировать поток фотоэлектронов. В результате компьютер регистрирует импульсный сигнал, пропорциональный числу прошедших сквозь острие электронов, что отражает локальную эмиссионную способность поверхности.

В качестве демонстрационного образца использовался гадолиний, обладающий достаточно низкой работой выхода (около 3 эВ). Это позволяло уже

<sup>1)</sup>e-mail: asejev@isan.troitsk.ru

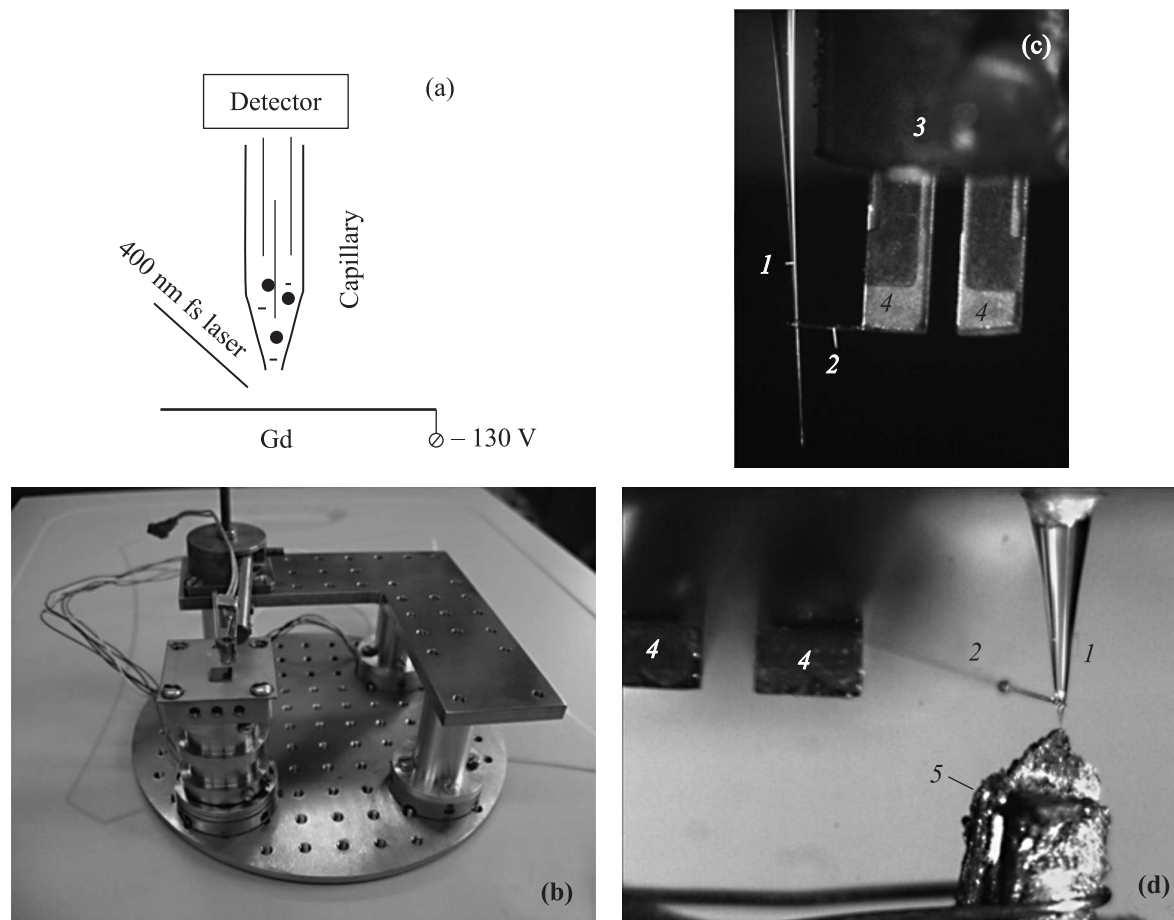


Рис. 1. (а) – Принципиальная схема эксперимента. Передняя грань детектора имеет нулевой электрический потенциал. Внутри прибора установлен специальный металлический экран, позволяющий блокировать электроны, не прошедшие сквозь капилляр. (б) – Вакуумный сканер на основе пьезотрубок, снабженный полым острием. (с, d) – Конструкция полого зонда в составе камертонного датчика контакта [12]: 1 – капилляр; 2 – поводок; 3 – корпус кварцевого камертона; 4 – рожок камертона; 5 – образец (Gd)

с помощью второй гармоники Ti:Sa лазера ( $\lambda = 400$  нм) осуществить однофотонную эмиссию электронов (рис. 2). Относительно небольшая энергия ЭМ-импульсов в рассматриваемом случае гарантировала незначительный нагрев иглы и стабильное функционирование микроскопа, что являлось особенно важным в первой серии исследований в данной области. Плоский образец Gd с субмикронной шероховатостью был облучен 400-нанометровыми линейно поляризованными  $\sim 70$ -фемтосекундными лазерными импульсами с энергией в районе  $0.3$  мкДж и частотой повторения  $1$  кГц. Электромагнитное излучение сфокусировалось в области кончика капилляра с помощью линзы ( $f \approx 30$  см). При этом характерный диаметр фокального пятна составлял около  $40$  мкм. В основной части эксперимента острие располагалось таким образом, чтобы в процессе его перемещения по плоскости в непосредственной близости от Gd капилляр практически не касался образ-

ца. Для выбора этих условий изначально было осуществлено сканирование гадолиния в “классическом” (*shear force*) режиме, без лазерного облучения, когда полое острие использовалось в качестве “обычного” зонда.

Результаты сканирования в “shear force” моде представлены на рис. 3. При этом капилляр совершал в вакууме трехмерное перемещение. Время сканирования составляло около  $6$  мин. Шаг сканирования  $25$  нм. Изображение имеет характерную форму “сапога”, что отражает профиль исследуемого образца.

Изображение, полученное в фотоэлектронном режиме (рис. 4), имеет схожие с данными с рис. 3 характерные черты. В фотоэлектронной моде осуществлялось перемещение капилляра в одной плоскости (двумерное сканирование острия). Поток фотоэлектронов сквозь его апертуру, формирующий сигнал  $N$ , зависел от расстояния  $l$  между кончиком острия и

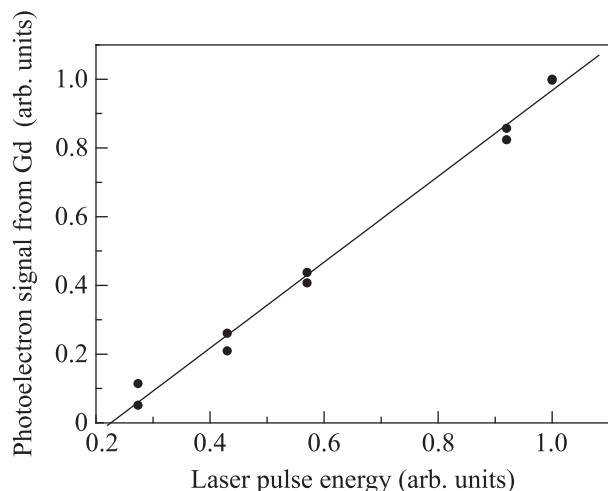


Рис. 2. Фотозлектронный сигнал от поверхности гадолиния, облученной фемтосекундным лазерным излучением с  $\lambda = 400$  нм, как функция энергии лазерных импульсов. Аппроксимация экспериментальных данных (кружки) линейной зависимостью представлена сплошной линией

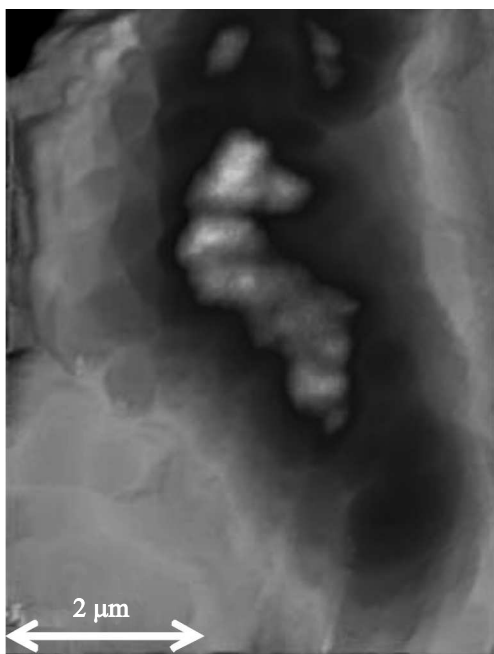


Рис. 3. Топография поверхности гадолиния в “классическом” зондовом режиме. Параметры сканирования приведены в тексте

“точкой” сканирования на поверхности Gd. При прочих равных условиях (приблизительно одинаковые квантовая эффективность и работа выхода в различных областях поверхности, что, по нашему мнению является вполне удовлетворительным допущением для демонстрационного эксперимента) сигнал

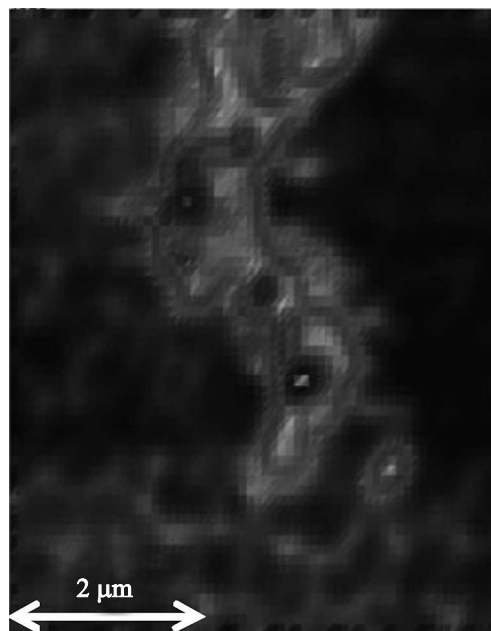


Рис. 4. Изображение поверхности Gd в фотозлектронной моде, когда заряженные частицы пропускаются сквозь 2-микронный кварцевый капилляр. Время сканирования около 13 мин. Шаг сканирования 80 нм

растет (падает) при уменьшении (увеличении)  $l$ . В случае достаточно большой величины  $l$  эта зависимость выглядит как  $N \sim l^{-2}$ . Здесь использовано приближение точечного источника.

Отметим принципиальную возможность сочетания зондового режима, когда острие за счет действия обратной связи перемещается непосредственно вдоль рельефа образца, с фотозлектронной модой. Вместе с тем в имеющейся схеме трехмерное перемещение капилляра в фотозлектронной моде пока осложняется наводками, паразитным влиянием рассеянного лазерного излучения на систему обратной связи. Использование двухпроходной методики с измерением топографии поверхности на первом проходе и получением фотоэмиссионного сигнала на втором могло бы дать дополнительную информацию. Однако на настоящий момент в электронном блоке управления микроскопом эта функция отсутствует. Тем не менее в эксперименте удалось качественно воспроизвести топографию поверхности демонстрационного образца в фотозлектронном режиме.

На первый взгляд пространственное разрешение нового метода определяется диаметром (либо радиусом) апертуры капилляра. Однако пространственное разрешение может быть существенно выше. Действительно, в “классическом” режиме оно будет определяться характерными размерами выступа, имеющегося на кончике капилляра. В частности, само

острие может иметь явно несимметричную форму. В фотоэлектронной моде достаточно важным может оказаться влияние электрического поля заряженной диэлектрической полой иглы на угловую зависимость фотоэмиссионного сигнала. Напомним, что для равномерно заряженного кольца, имитирующего в первом приближении кончик кварцевого капилляра, электрическое поле не имеет тангенциальной составляющей (параллельной плоскости кольца) лишь на его оси. Поэтому для фиксированного положения капилляра относительно поверхности даже сравнительно небольшая тангенциальная составляющая может смещать фотоэлектронные траектории и, соответственно, приводить к уменьшению сигнала от области, не лежащей на оси острия. Заметим, что пространственное разрешение может быть улучшено и за счет использования 100-нанометрового капилляра и/или в результате напыления металлического слоя на кончик диэлектрического острия. Эти вопросы будут предметом отдельной серии исследований.

Гипотетически вместо тонкого капилляра могла бы быть использована пропускающая заряженные частицы диафрагма с достаточно малой апертурой. Однако в этом случае подобная схема не позволит выполнить исследования в “классическом” зондовом режиме. Диафрагму практически невозможно подвести в область контакта с поверхностью, обладающей изрезанным рельефом. Помимо этого, появляются трудности с контролируемым подводом сфокусированного лазерного луча к части исследуемого образца, сопряженной с областью “захвата” фотоэлектронного сигнала таким зондом.

Таким образом, нами выполнены первые исследования в области сканирующей вакуумной микроскопии с полым острием, позволяющим формировать микропучки заряженных частиц. Продемонстрировано, что новый метод микроскопии, основанный на пропускании фотоэлектронов сквозь тонкий диэлектрический капилляр, позволяет получить изображение поверхности образца, качественно идентичное результатам “классического” сканирующего зондового микроскопа.

Разработанный подход открывает возможность изучения поверхности с высоким пространственным разрешением в комбинации с высокой элементной (химической) селективностью. Данная идея была выдвинута В.С. Летоховым в 2000-х годах. Сформулированная им концепция “нанорубанка” имела своей целью развитие высокочувствительной микроскопии больших органических молекул на поверхности. В экспериментальном плане В.С. Летоховым было предложено объединить потенциально возможную нанолокальную фотодетекцию молекулярных ионов и времяпролетную *on-line* масс-спектрометрию. Если для фотоионизации и отрыва молекулярных ионов от поверхности предполагалось облучать образец ультракороткими световыми лазерными импульсами, что должно было позволить реализовать многофотонные процессы без значительного теплового разогрева образца, а также понизить порог фотоотрыва молекулярных ионов [13,14], то проблема достижения высокого пространственного разрешения в общем случае оставалась открытой. (Это особенно может проявляться при использовании лазерного излучения в видимом и ближнем ИК спектральном диапазоне.) Пропускание фотоионов вместо фотоэлектронов сквозь полое острие поможет решить эту проблему.

сорбцию молекулярных ионов и времяпролетную *on-line* масс-спектрометрию. Если для фотоионизации и отрыва молекулярных ионов от поверхности предполагалось облучать образец ультракороткими световыми лазерными импульсами, что должно было позволить реализовать многофотонные процессы без значительного теплового разогрева образца, а также понизить порог фотоотрыва молекулярных ионов [13,14], то проблема достижения высокого пространственного разрешения в общем случае оставалась открытой. (Это особенно может проявляться при использовании лазерного излучения в видимом и ближнем ИК спектральном диапазоне.) Пропускание фотоионов вместо фотоэлектронов сквозь полое острие поможет решить эту проблему.

1. N. Stolterfoht, J.-H. Bremer, V. Hoffmann, R. Hellhammer, D. Fink, A. Petrov, and B. Sulik, *Phys. Rev. Lett.* **88**, 133201 (2002).
2. S. Das, B. S. Dassanayake, M. Winkworth, J. L. Baran, N. Stolterfoht, and J. A. Tanis, *Phys. Rev. A* **76**, 042716 (2007).
3. S. Matefi-Tempfli, M. Matefi-Tempfli, L. Piraux, Z. Juhasz, S. Biri, E. Fekete, I. Ivan, F. Gall, B. Sulik, G. Viktor, J. Palinkas, and N. Stolterfoht, *Nanotechnology* **17**, 3915 (2006).
4. I.-Y. Park, S. Kim, J. Choi, D.-H. Lee, Y.-J. Kim, M. F. Kling, M. I. Stockman, and S.-W. Kim, *Nat. Photonics* **5**(11), 677 (2011).
5. J. Choi, S. Kim, I.-Y. Park, D.-H. Lee, S. Han, and S.-W. Kim, *New J. Phys.* **14**, 103038 (2012)
6. M. P. Grams, A. M. Cook, J. H. Turner, and R. B. Doak, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **39**, 930 (2006).
7. Б. Н. Миронов, С. А. Асеев, С. В. Чекалин, В. С. Летохов, Письма в ЖЭТФ **83**(9), 435 (2006).
8. S. A. Aseyev, B. N. Mironov, S. V. Chekalin, and V. S. Letokhov, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 112513 (2006).
9. С. А. Асеев, Б. Н. Миронов, С. В. Чекалин, В. С. Летохов, Письма в ЖЭТФ **87**(7), 422 (2008).
10. S. A. Aseyev, B. N. Mironov, and S. V. Chekalin, *J. Chem. Phys.* **139**, 144202 (2013).
11. E. A. Ash and G. Nicholls, *Nature* **237**, 510 (1972)
12. A. P. Cherkun, D. V. Serebryakov, S. K. Sekatskii, I. V. Morozov, and V. S. Letokhov, *Rev. Sci. Instrum.* **77**, 033703 (2006).
13. А. А. Козлов, В. С. Летохов, Ю. А. Матвеев, С. В. Чекалин, А. П. Ярцев, Письма в ЖЭТФ **47**(6), 294 (1988).
14. V. S. Letokhov, *Laser Control of Atoms and Molecules*, Oxford University Press (2007).