## <u>MIKROSKOPI</u>

# Princippet i og anvendelsen af et skanning elektronmikroskop

Visualisering på nanoskala vha. elektroner. I artiklen gennemgås principperne i og anvendelsen af et skanning elektronmikroskop (SEM). SEM-mikroskopet er et af de mest anvendte værktøjer mht. billeddannelse på nanoskala

### Af Michael G. Nielsen, Institut for Sensorer, Signaler og Elektroteknik (SENSE), Syddansk Universitet, Odense M

Nanoteknologi er i dag en udbredt og tværfaglig videnskab, der bruges i f.eks. fysik, kemi, biologi og materialevidenskab. Evnen til at kunne visualisere og inspicere objekter på nanoskala (1-100 nm), er i denne forbindelse uundværlig.

### Instrumentering og billeddannelse

Principmæssigt har et SEM mange ligheder med et optisk mikroskop. Den fundamentale forskel er, at der i et SEM anvendes elektroner i stedet for fotoner til at danne billeder af en ønsket prøve. Et vilkårlig SEM består som minimum af en elektronkilde, elektromagnetiske linser, aperturer og et elektronafbøjende system. Ydermere kræves der et pumpesystem, da kontrolleret udbredelse af elektroner skal foregå i et vakuum (figur 1). Det skyldes, at elektroner spredes og dæmpes hyppigt i en atmosfære med naturligt forekommende gasarter og urenheder som f.eks. vanddamp og støvpartikler.

Elektronkilden (katoden) består typisk af et wolframfilament. Afhængigt af filamenttypen kan elektronerne emitteres ved at varme filamentet op. Derved får elektronerne tilført så meget energi, at de frigøres fra filamentet. Der kan også påføres en stor potentialforskel på adskillige kV mellem katoden og anoden, så elektronerne emitteres pga. tunneleffekten [1]. Når elektronerne emitteres fra filamentet, accelereres de pga. potentialforskellen mellem katoden og anoden ned gennem SEM'et, hvor de manipuleres af linser (elektromagneter) og aperturer. Elektronerne opnår typisk kinetiske energier fra 0,5 til 30 keV. Vha. linserne kan elektronerne fokuseres på en prøve, der ønskes afbildet. Det egentlige billede genereres ved at skanne den fokuserede elektronstråle på prøven i et todimensionelt rastermønster vha. det elektronafbøjende system. Herefter detekteres og forstærkes elektronerne, der spredes på prøven fra hvert punkt i den udførte skanning. Derfor kaldes denne type elektronmikroskoper et skanning elektronmikroskop. Et SEM kan generere billeder med forstørrelser, der rækker fra 10 til 500.000 gange, hvor forstørrelsen øges ved at mindske det rasterskannede areal på prøven. Oftest detekteres sekundære elektroner, der genereres pga. uelastisk spredning mellem de accelererede primære elektroner fra filamentet og elektronskyerne, som tilhører atomerne, der udgør prøven (figur 2). Ved at detektere og forstærke de sekundære elektroner, som genereres fra hvert punkt i det udførte skan, er det muligt danne et billede, der indeholder information om prøvens topografi.

### **SEM-billeder**

Som et eksempel på anvendelsen af et SEM, vises billeder af en fraktalformet nanostruktur, der er fremstillet vha. elektronstrålelitografi [2]. Den pågældende struktur er lavet af guld og er

Figur 1. Skematisk illustration af et SEM. Elektronerne emitteres fra katoden og accelereres ned gennem SEM'et. Elektronerne fokuseres af linser, i form af elektromagneter, og aperturerne blokerer elektroner, der kan give anledning til sfæriske aberrationer. Det elektroniske afbøjningssystem består af et sæt spoler, der kan forskyde elektronstrålen i to dimensioner og dermed rasterskanne den fokuserede elektronstråle på prøven, der er monteret på en stage. Vakuummet sørger for, at elektronerne ikke spredes og dæmpes nå urenheder.

placeret oven på en 50 nm tyk guldfilm, der er deponeret oven på et siliciumsubstrat (figur 3). Selve strukturen er et lille udsnit af Mandelbrot-fraktalen, og fra SEMbilledet (figur 3(a)) ses det, at fraktalen lyser kraftigt op ift. den 50 nm tykke guldfilm (mørk baggrund). Ved at



af bilde fraktalen i større forstørrelser kan det forklares, hvorfor den spreder sekundære elektroner effektivt og lyser kraftigt op, ift. den relativt plane 50 nm tykke guldfilm. Ved større forstørrelser bemærkes det, at fraktalen ikke har en homogen topografi, men derimod består af periodisk placerede nanopartikler. Disse partikler består ligeledes af guld, har en højde og diameter på hhv. 50 nm og 80 nm og er placeret med en periode på 170 nm. Der anvendes nanopartikler af guld, da der i disse partikler kan eksiteres plasmoniske resonanser, som kan anvendes i forbin-

# <u>MIKROSKOPI</u>



Figur 2. Illustration af en uelastisk spredningsproces mellem en primær elektron og en elektron tilhørende et atom i prøven, der frigøres fra atomet, og herefter kan detekteres som en sekundær elektron.



Figur 3. (a) SEMbillede af hele fraktalstrukturen, der er lavet af guld og placeret oven på en 50 nm tyk guldfilm. (b) SEM-billede af en lille forgrening af fraktalstrukturen fra området markeret med cirkel 1. (c) SEM-billede af en mindre forgrening af fraktalstrukturen fra området markeret med cirkel 2.

delse med udvikling af kompakte og følsomme optiske sensorer [2,3]. SEM-billederne (figur 3(b) og figur 3(c)) viser tydeligt, at inhomogene strukturer (fraktalen) spreder sekundære elektroner mere effektivt end relativt plane overflader (guldfilmen). Det skyldes, at sekundære elektroner har lave kinetiske energier, som typisk kun er 2-50 eV, og derfor kun udbreder sig få nanometer i de fleste materialer. Særligt er der ved detektering af sekundære elektroner stor kontrast mellem kanter og plane overflader. Det skyldes, at en større procentdel af sekundære elektroner, der spredes fra kanter, emitteres fra prøven, og dermed når detektoren ift., hvad der er tilfældet fra plane overflader, hvor mange af de sekundære elektroner dæmpes, inden de når prøvens overflade (figur 4).

### Krav til prøver

En prøve skal både kunne tåle vakuum samt bestå af et ledende



Figur 4. Illustration af spredte sekundære elektroner nær en kant på en partikel (til venstre) samt spredte sekundære elektroner fra en plan overflade (til højre). De grå områder indikerer volumenet, hvorfra der emitteres sekundære elektroner.

materiale, da prøven bombarderes med elektroner. Hvis prøven ikke består af et ledende materiale, så vil elektronerne ophobe sig i prøven, hvilket vil give anledning til elektrostatisk afbøjning af den fokuserede elektronstråle og derfor resultere i forvrængning og støj i det optagne billede. Prøver, der består af isolerende materialer, coates derfor typisk med et tyndt lag (5-10 nm) guldpalladium for at undgå problemet med opladning. Særligt biologiske prøver, som indeholder vand og derfor ikke tåler vakuum, kan være et problem at afbilde i et traditionelt SEM. Der findes dog en nyere klasse af elektronmikroskoper, kaldet *Environmental* SEM (ESEM). Det kan danne billeder af prøver ved højere tryk, hvor det ikke er nødvendigt at coate prøven med et ledende materiale. Derfor egner ESEM sig særligt til billeddannelse af biologiske prøver [4].

### **Opløsningen med et SEM**

Den opnåelige opløsning med et konventionelt optisk mikroskop er begrænset af lysets bølgeegenskab, kendt som diffraktion, hvilket medfører, at objekter med dimensioner mindre end lysets bølgelængde typisk ikke kan opløses. Ifølge kvantemekanikken kan elektroner tildeles en bølgelængde, som er relateret til elektronens kinetiske energi. Elektronernes bølgelængde er relateret til accelerationsspændingen på følgende vis:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_e eV_0 \left(1 + \frac{eV_0}{2m_e c^2}\right)}} \tag{1}$$

Her er h Plancks konstant,  $m_e$  er elektronens masse, e er elementarladningen, V<sub>a</sub>er accelerationsspændingen mellem katoden og anoden og c er lysets hastighed. En accelerationsspænding på f.eks. 30 kV medfører, at de primære elektroner har en bølgelængde på ca. 0,007 nm. Opløsningen i et SEM er langt fra sammenlignelig med bølgelængden af de primære elektroner. Det antyder, at et SEM ikke er diffraktionsbegrænset mht. til opløsningen på samme måde som i et optisk mikroskop. I et SEM afhænger opløsningen af størrelsen på det interaktionsvolumen, hvorfra sekundære elektroner emitteres fra prøven. Konsekvensen er, at hvis to interaktionsvolumener (grå områder i figur 4) fra to forskellige objekter overlapper hinanden, så kan objekterne ikke opløses, hvilket resulterer i, at opløsningen med et SEM typisk kun er 1-10 nm. Størrelsen på et interaktionsvolumen afhænger især af bredden på strålen, der udgøres af de primære elektroner, de primære elektroners kinetiske energi samt prøvens morfologi. Selvom et SEM har en utrolig høj opløsning, kan det således ikke opløse f.eks. individuelle atomer, da det som minimum kræver, at opløsningen øges med endnu en størrelsesorden.

#### E-mail adresse

Michael G. Nielsen: mgni@sense.sdu.dk

#### Referencer

- 1. P. Rai-Choudhury, "Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication, Volume 1: Microlithography", Kapitel 2.2 (1997).
- J Beermann, S. M. Novikov, O. Albrektsen, M. G. Nielsen og S. I. Bozhevolnyi, "Surface-enhanced Raman imaging of fractal shaped periodic metal nanostructures", Journal of the Optical Society of America B, Vol. 26, Issue 12, pp. 2370-2376 (2009).
- M. G. Nielsen, A. Pors, R. B. Nielsen, A. Boltasseva, O. Albrektsen og S. I. Bozhevolnyi, "Demonstration of scattering suppression in retardationbased plasmonic nanoantennas", Optics Express, Vol. 18, Issue 14, pp. 14802-14811 (2010).
- L. Muscariello, F. Rosso, G. Marino, A. Giordano, M. Barbarisi, G. Cafiero og A. Barbarisi, "A critical overview of ESEM applications in the biological field", Journal of Cellular Physiology Vol. 205, pp. 328-334 (2005).