

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
Fakulta elektrotechniky a informatiky

Ústav přístrojové techniky Akademie věd ČR

Miroslav Horáček

**Detection of the angular distribution of the signal
electrons in VLESEM**

**Detekce úhlového rozdělení signálních elektronů
v nízkoenergiovém mikroskopu**

Obor: Elektrotechnická a elektronická technologie

Školitel: doc. Ing. Miroslav Kasal, CSc.

Oponenti:

Datum obhajoby:

Contents

Detection of the angular distribution of the signal electrons in VLESEM	3
Present state of low energy microscopy	3
Aim of work - separation and detection of signal electrons in VLESEM	4
Methods of detection and the design of the detector	6
Direct detection of electrons by CCD sensor	6
Using EBCCD as area-selective detector of electrons	7
The EBCCD electronics	8
The EBCCD area and timing	9
Operation of the detector	11
Main results and experiments	13
Conclusion	15
References	17
Curriculum vitae	18
Abstrakt	19

Detection of the angular distribution of the signal electrons in VLESEM

The topic of this work is the study of direct detection of electrons by Charge-Coupled-Devices (CCD). The aim is to design a detector for the angle and energy-selective detection of signal electrons in very low energy scanning electron microscopy (VLESEM), based on the directly electron-bombarded CCD sensor (EBCCD). We concentrate upon two problems - the design of appropriate electronics and determination of an appropriate energy of the signal electrons for the CCD sensor.

Present state of low energy microscopy

Considerable attention was paid in the last ten years to the development of low voltage scanning electron microscopy (LVSEM) in order to reduce the radiation damage of some sensitive specimens (e.g. some biological or semiconductor structures) and possibly also to reduce the local charging of a semi-insulating specimen. A radical change in LVSEM has been made by the use of very low energy electrons with the energy below 10 eV.

The essential element of a low energy electron microscope (LEEM) which makes it different from the classical microscope (TEM) is the cathode lens. The advantages of the immersion objective (magnetic lens plus cathode lens) were fully recognized only recently [1]. So far, experiments demonstrating capabilities of very low energy scanning electron microscopy (VLESEM) have been realized in ISI Brno [2]. A deteriorated function of classical SEM detectors was proved by these experiments. Secondary and backscattered electrons are re-accelerated in the cathode lens and their trajectories are similar to those of the primary beam electrons. There was many attempts to collect the signal electrons by using a non-standard arrangement of the modified detectors in the microscope chamber. Unfortunately the main (central) part of the signal electron beam is not detected in all these cases. A solution is to separate the signal and the primary electron beams and only next to detect the signal beam with its most useful part of electrons. The Wien filter is suitable for the separation of the primary and the signal electron beams. The main benefits of the use of this separator is that the trajectories of the primary beam remain the same as without the separator.

Aim of work - separation and detection of signal electrons in VLESEM

A schematic arrangement of the optics with an immersion objective, Wien separator and electron bombarded CCD detector is shown in Figure 1. The primary electron beam (up to 10 keV) from the source of electrons passes through the Wien filters which are balanced so that the axial ray with the nominal energy is not affected. Next, the primary beam passes through the deflection system, is focused by

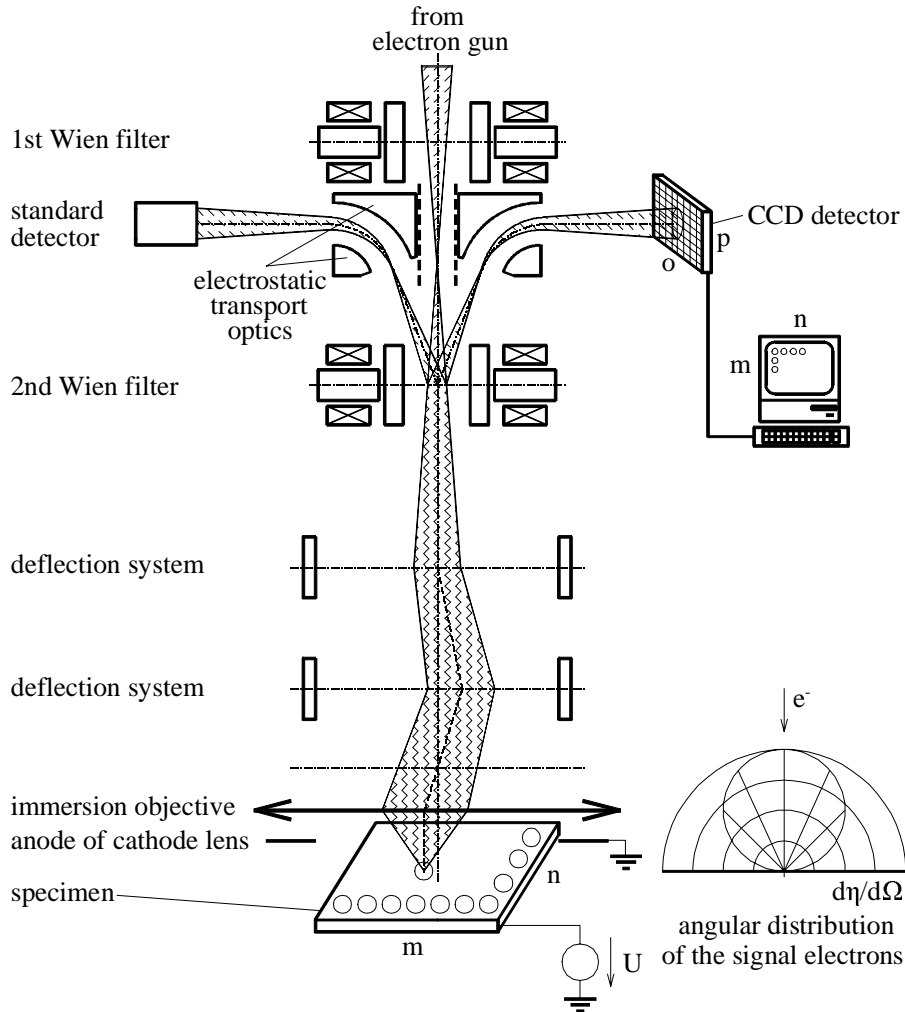


Figure 1. VLESEM with EBCCD detector.

the magnetic lens, decelerated to the desired energy by the cathode lens and scanned over the specimen. The beam of signal electrons accelerated by the cathode lens approximately to the primary energy, passes through the immersion objective lens and it is deflected by the Wien filter to the region of the electrostatic transport optics shielded from the primary beam. The transport optics directs the signal beam to a suitable detector.

The arrangement employing the Wien filter makes the angle and energy-selective detection of signal electrons possible and gives rise to the corresponding sort of contrast, if the signal is properly collected. The use of CCD is very suitable for this purpose. The planar CCD sensor converts the angular distribution of electrons of the signal beam into the electrical signal that can be further processed, which makes it possible to form the image corresponding to the signal electrons from the selected areas of the CCD sensor.

The focused primary beam - probe - is scanned by the deflection system over the specimen in the scanning matrix of m -lines by n -columns. The signal beam is in every moment directed by the Wien filter and transport optics to the CCD sensor. The electrons of the beam cover o -lines by p -columns of the CCD sensor. The probe stays in every point of the scanning pattern " m by n " for the time needed for generation of an optimum amount of electrons in the potential wells of CCD. The image created in CCD corresponds to the angular distribution of the signal electrons of one point of the specimen. We read this " o by p " image from CCD and then we convert, process and put it in the memory. This procedure is repeated for every point of the " m by n " pattern of the specimen. After one scanning of the specimen we obtain and process " $m * n * o * p$ " data.

We can process this data in many ways. The usual way is to define on the area " o by p " of the CCD two or more geometric patterns - circles, annuluses, quadrants, sectors, half-planes, etc. The data from all pixels belongs to the geometric pattern we process in a suitable way, for example we calculate an average signal for the given pattern. In this way we obtain from every image of the CCD (for every point of the scanning matrix " m by n ") so many data how many geometric patterns we defined. We will use this data to create the image of the specimen with the scanning matrix " m by n " on the monitor to whose every point we assign the combination of the signals from geometric patterns on CCD. In the simplest case we assign to every point only the signal from one pattern, usually we assign the sum or difference of signals from two patterns. Let us remind that the shape of the geometric patterns is unchangeable through the scanning over the specimen and that we assign to every point the same combination of the signals from the geometric patterns on CCD.

Besides the EBCCD detector we need a standard detector (Everhart-Thornley), as it is shown on the left side of Figure 1, working in the TV scanning mode to adjust the microscope before using the EBCCD detector, because the processing of the signal through the CCD sensor will be considerably slower than in the TV mode. The

signal electrons are directed to the standard detector by a simple change of the orientation of the fields in the Wien filter.

Methods of detection and the design of the detector

Direct detection of electrons by CCD sensor

In VLESEM we consider to use the CCD sensor in the direct electron-bombarded mode. That is because we must process a very high amount of data in a short time at low energies of the electron beam (discussed more in detail below). The CCD systems with electron-photon conversion are designed for very high energies (TEM) or are using a very high integration and process time (slow-scan CCD cameras).

When one electron impinges on the silicon element, it creates signal electron-hole pairs through the electron bombarded semiconductor (EBS) cascading process, which exhibits two major features. Firstly, the average EBS gain G (number of signal electrons in the potential well generated by one incident electron) is related to the incident particle energy E (electron beam) (assuming that the generation of one signal electron in silicon requires 3.65 eV)

$$G = E / (3.65 \text{ eV}) \quad [-] \quad (1)$$

Secondly, the multiplication process exhibits fluctuations: the variance is

$$\sigma = (F \cdot G)^{1/2} \quad [-] \quad (2)$$

where F , the Fano factor, is 0.12 in silicon [3], [4].

However, this ideal performance can only be obtained if the following conditions are fulfilled: i) the incident energy is actually dissipated in the active material (not, for example, in the gate layer), ii) no incident electron is lost (for example, reflected back from the surface), iii) the signal electrons produced in the substrate are properly collected (no electrons are lost in the depth of the substrate), and iv) the electron bombardment does not disturb the CCD behavior (no radiation damage) [5]. In the case of the real CCD sensor we must calculate the EBS gain G directly as the ratio of the number of the signal electrons generated in the potential well, N_w , to the number of the impinging electrons in the electron beam, N_b

$$G = \frac{N_w}{N_b} = \frac{E}{3.65 \text{ eV}} \cdot \varepsilon(E) \quad [-] \quad (3)$$

where $\varepsilon(E)$ is the detection efficiency of the CCD. The detection efficiency is defined as the ratio of the detected energy E_w to the energy incident on the surface of the

CCD, E_b , and it is a function of the incident electron energy E [6]. In practice, the front-side illuminated CCD shows a reasonable efficiency ($\varepsilon > 0.1$) at an energy from 8 - 12 keV upwards, depending on type of the sensor [7], [6]. The efficiency generally decreases rapidly with decreasing electron energy. The available thinned back-side illuminated CCDs have an efficiency higher than 0.1 at energies below 5 keV. Of course, the integration time, i. e. the time we need to illuminate the sensor to generate and accumulate an optimal amount of electrons in the potential wells of CCD, is longer owing to a worse efficiency.

Using EBCCD as area-selective detector of electrons

In practice, for the specimen, i. e. "m by n", we require a minimum resolution of 128 x 128 points and the resolution 512 x 512 is considered as fully sufficient. For CCD, i. e. "o by p", the minimum resolution is 8 x 8 points, and the resolution 64 x 64 points is considered as fully sufficient. The total time to scan one image of the specimen and to process the signal from CCD for all points of the scanning matrix should be less than say 10 minutes. We assume VLESEM will work with a primary electron beam energy (i. e. the energy before deceleration) of about 5 keV (less than 10 keV) and a current of 10^{-9} - 10^{-10} A. The signal electron beam current will be of the same order. A minimum dynamic range of the angular distribution of the signal electrons is expected to be 10^4 .

For the first experiments we used the easily available low resolution sensor suitable for direct detection of electrons - Virtual phase CCD TC211 made by Texas Instruments (192 pixels (H) by 165 pixels (V), well capacity 150×10^3 electrons, ideal dynamic range 60 dB, clock frequency (serial register) 10 MHz) [8], that is why we now use the front side bombardment mode. The main benefits of the virtual phase technology are: i) only one half of each pixel is covered with a gate structure, leaving the other half bare except for a thin layer of oxide. Electrons do not have to penetrate through the gate structure, and the detection efficiency is reduced only by this 0.5 μm thick protective coating, ii) Only single-phase clocking for horizontal and vertical transfer of the charge is used. This simplifies very much the hardware and software to operate the sensor, and makes a quick operation of the sensor possible [9]. From the above mentioned basic parameters of CCD TC211 it follows that the resolution in the output signal corresponds to 150 electrons in the image-area potential well. To make the most of the dynamic range of CCD, one impinging electron must generate just 150 electrons in the potential well, i. e. $G = 150$. From Eq. (3) we can calculate the detection efficiency for the incident electron energy $E = 5 \text{ keV}$ and $G = 150$ to make the most of the dynamic range of the CCD: $\varepsilon(5 \text{ keV}) \approx 0.1$.

The detection efficiency - incident electron energy dependence is characteristics of the CCD chip and we cannot change it. For the optimum performance it is desirable to match the energy of the signal electrons beam to the CCD sensor.

The EBCCD electronics

The electronics to control the CCD sensor and to process the signal data is based on the digital signal processor (DSP) from Analog Devices ADSP-2181. The block diagram of the electronics is shown in Figure 2. DSP generates clock signals to operate image-area and serial-register gates of the full-frame operation CCD image sensor TC211 and a synchronous clock signal for the 12-bit analog-to-digital converter. Clock pulses for CCD are buffered and level-shifted by parallel and serial clock drivers and outputs to the image sensor. The analog output signal from CCD is synchronously converted by the 12-bit AD9220 A/D converter, buffered by the line driver to the processor data bus, read and processed. All these functions ensure program runs in DSP which can work in two modes: i) Image-mode in which the focused primary beam stays at some point of the specimen and we can observe the

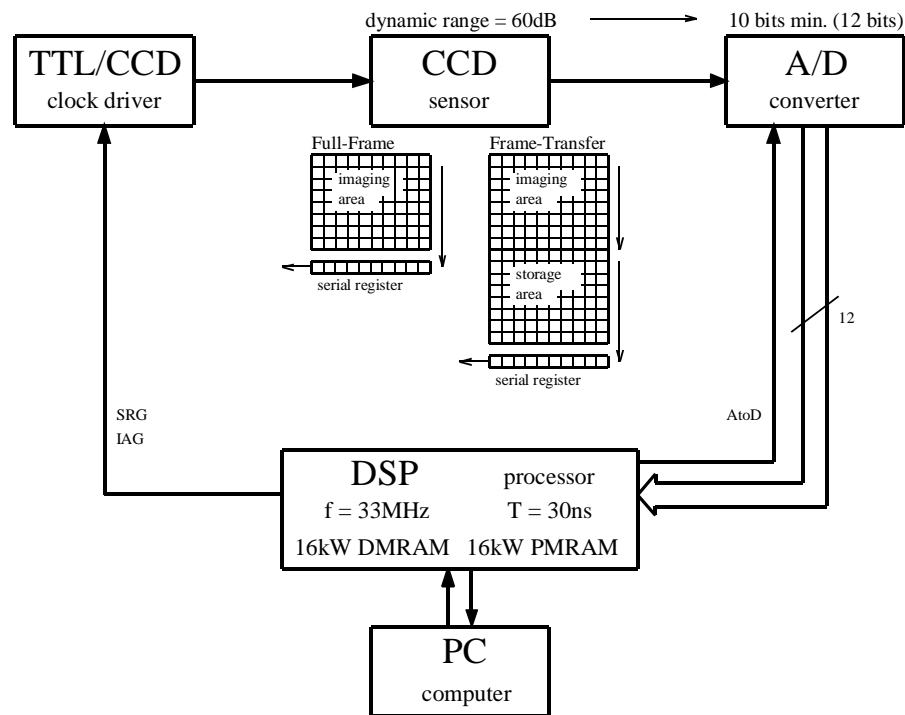


Figure 2. Electronics of the EBCCD.

angular distribution at this point. This mode is useful to adjust the microscope and to prepare it for work in the Detector-mode. This mode is also used to debug electronics and in experiments to measure detection efficiency, dark current etc., ii) Detector-mode in which the microscope works in a way we described in Sec. Separation and detection of the signal electrons in VLESEM and showed in Figure 1. In this mode, the microscope forms the image of the specimen corresponding to the angular distribution of the signal electrons over the specimen. The program working in DSP communicates with another program working in the personal computer (PC) through the serial line RS-232. The program in PC has two main tasks: i) to start the CCD sensor (EBCCD detector) in Image or Detector mode by sending the appropriate data (integration time - in both modes, resolution “m by n”, definition of the geometric patterns on the area “o by p” of the CCD - in Detector mode) to the DSP, ii) to read data from DSP and to display the image (or images) of the specimen on the computer monitor (save, retrieve to/from the disk). The program can save the image in the MATLAB-format to retrieve and process this data in the MATLAB mathematical program that we use to compute the detection efficiency and dark current and to show the 3D profile of the images.

The kernel of the hardware is the Analog Devices EZ-KIT Lite Development Board with the ADSP-2181 digital signal processor to shorten the development time before the first experiment. The RS-232 is emulated with 38400 bps. The board with parallel and serial clock drivers, image sensor, A/D converter and buffer to the processor data bus is connected directly to the EZ-KIT development board by using its expansion connectors. For experiments with light (debugging), the sensor is situated on the board, for experiments using the electron beam the sensor and nearest transistor are situated on the vacuum suitable board and connected with other electronics by twisted cables.

The software for DSP is written in assembler of the ADSP-2100 family, the software for PC is written in the Borland C++ language.

The EBCCD area and timing

There are many technical possibilities how to describe the distribution of the area of the CCD sensor on the requested geometric patterns. Ideally, to every pixel of the sensor appropriate data describing its fixtures to one of the geometric patterns can be individually assigned (i. e. $192 \times 165 = 31680$ data for TC211, 1 bit ~ 2 patterns, 2 bits ~ 4 patterns, ...). Or we can divide the area of the sensor into groups 2×2 pixels or 2×3 pixels and create the patterns from these groups as basic elements. The advantage is the reduction in the data needed to describe the geometric patterns over the area of the sensor. We can achieve the same by focusing the signal beam only on the center of the sensor, for example on the circle of the relative

TC 211

Image Area = 2640 μ m x 2640 μ m

192 x 165 pixels

64 x 82 = 5248 cells(3x2 pixels)

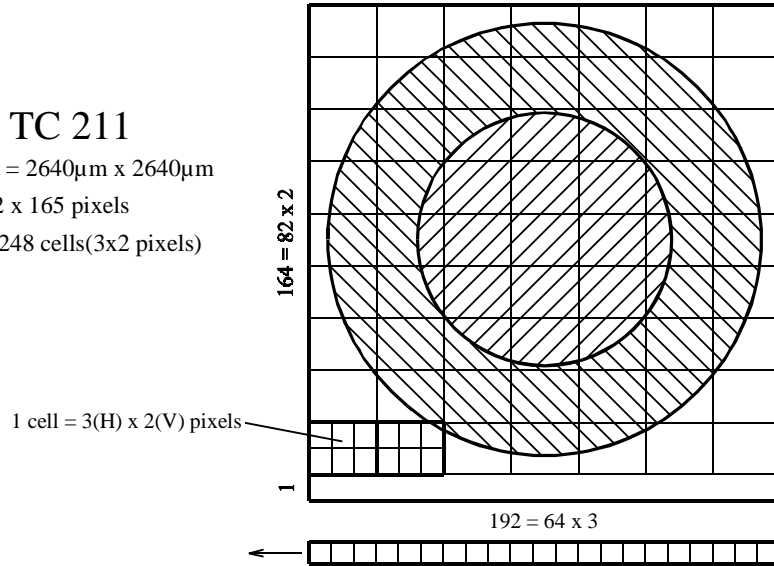


Figure 3. Area of the EBCCD chip.

diameter of 64 pixels. In this case we work only with this reduced amount of pixels, i. e. we form the geometric patterns only over this circle and we process the signal from the pixels of this circle. By this reduction of pixels we reduce the time needed to process one image of the angular distribution from CCD in addition to the reduction of the data needed to describe the distribution of the CCD.

For the reasons of timing, programming and memory capacity on the chip of DSP we decided to form the geometric patterns from groups - cells 3(H) x 2(V) pixels. A schematic arrangement of the area of the TC211 sensor divided into two patterns (circle, annulus, and others) is shown in Figure 3. We cancel the first horizontal line and next the area of the sensor is created from 64 x 82 cells (64 x 82 = 5248 data). To reach a maximum speed of the processing from the programming point of view we reduced the period of the clock signal of the serial-register to 6 instruction cycles of the DSP (i. e. 6 x 30 ns = 180 ns ~ 5.5 MHz). In this 6 instruction cycles period we can distinguish only two geometric patterns by switching the primary and the secondary register set (bank) of the computational units of the DSP. To distinguish more patterns we would need more instructions and more time. To switch the register set we must change the corresponding bit in one of the control/status registers of the DSP. For this reason we describe the assignment of the cells to the geometric patterns by the data of this control/status register, so we send the definition of the geometric patterns on the area “o by p” of the CCD from

PC to DSP as a set of 8-bit words (i. e. 5248 Byte). To read this data in one instruction cycle during the program flow we must put them in the Data Memory RAM on the chip of the DSP, consisting of 16352 user-accessible locations. That is why we cannot describe each of 31680 pixels separately.

During one period of the clock signal of the serial-register (i. e. moving the charge packet out of the serial register to the charge detection node of the amplifier, converting and summing) we change the clock signal for the serial register and converter, and, at the same instruction cycle we sum the signal from the previous pixel (4 back), next we test if the next pixel belongs to some pattern, next we change the bank of registers, next we change the clock signal for the serial register and converter, and next we read (with 1 wait state) the data from the converter for the previous pixel (4 back) - in total 6 instruction cycles. Thanks to the timing of the

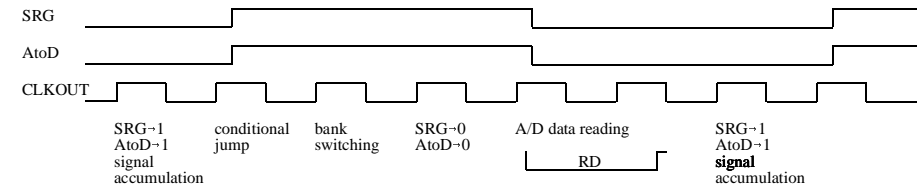


Figure 4. Timing of the EBCCD.

electronic design, the clock signals for the serial-register gates and for the 12-bit analog-to-digital converter are the same. The timing for one period of the serial-register gates is shown in Figure 4.

Operation of the detector

Now having the knowledge of the possibilities of the hardware and software solution of the EBCCD detector and the knowledge of conditions of an optimal interaction of the signal electron beam with the CCD sensor, we can calculate the total time to scan one image of the specimen and to process the signal from the CCD for every point of the scanning matrix 512 x 512 pixels.

We will process the signal electron beam carrying angular distribution by a sensor with a dynamic range of only 60 dB ideally. This value is typical for every standard CCD sensor. A higher dynamic range, up to 100 dB, can be achieved by cooling the chip. For the observation of the image of the specimen with the naked eye on the monitor, the dynamic range of the standard CCD is fully sufficient. So now we develop an EBCCD detector with a sensor at room temperature.

The total time for the scanning of one image of the substrate will be calculated for two assumed beam currents, 10⁻⁹ A and 10⁻¹⁰ A. The results are in Table I. We

assume cosine angular distribution of the signal beam, i. e. after the generation of an optimal amount of electrons in the potential wells of CCD to create in the sensor the image corresponding to the angular distribution of the signal electrons of one point of the specimen, only some pixels are saturated (150×10^3 electrons in the well). The ratio of the total number of the electrons in all bombarded wells in the case of cosine distribution to the case of uniform distribution is $2/\pi$. For simplicity we assume that the signal beam is focused on the circle of a relative diameter of 164 pixels (~ 25880 bombarded pixels) or 64 pixels (~ 3740 bombarded pixels). The beam current 10^{-9} A means $6.25 \cdot 10^9$ electrons/s. For example, for a circle of a diameter of 164 pixels the total number of the signal electrons to be generated in all potential wells is $N_w = 150 \cdot 10^3 \cdot 25880 \cdot 2/\pi = 2.5 \cdot 10^9$ electrons. To generate such an amount of electrons we need, from Eq. (3), $N_b = 2.5 \cdot 10^9 / 150 = 16.5 \cdot 10^6$ electrons in the beam, and for a beam current of 10^{-9} A we need an integration time of 2.6 ms. This time is needed to accumulate in the sensor the charge for one image of the angular distribution. For the transfer of the charge packets and for the processing of the data we need 6.7 ms (for a circle of a diameter of 64 pixels this is 2.7 ms). In total, for the accumulation of the charge and for the processing of the data of an image of 512×512 points we need $(2.6 \cdot 10^{-3} + 6.7 \cdot 10^{-3}) \cdot 512 \cdot 512 = 2447$ s ~ 41 minutes.

Table I.

Beam current:	10^{-9} A	10^{-10} A
	Accumulation time	
$\Phi 164$ pixels	2.6 ms	26 ms
$\Phi 64$ pixels	0.4 ms	3.8 ms
	Total time (512 x 512 pixels)	
$\Phi 164$ pixels	41 minutes	144 minutes
$\Phi 64$ pixels	13 minutes	28 minutes

To the accumulation and process time we must add the time for the transfer of the data from DSP to create the image of the specimen on the PC monitor, that is 2×12 -bit word for two geometric patterns, that is 273 s for an image of 512×512 points and the serial line 38400 Baud. This time is independent of the beam current and size of the bombarded area. This time is comparable with the accumulation plus process time (especially for a high current and low size of the area) and increases the total scanning time. We can write the data during the scanning to the external memory and transfer them to PC after scanning. But in view of the fact that the total scanning time is more than 10 minutes it is better to create the image on the monitor continuously. The solution is to use the built-in synchronous serial port in DSP and so to increase the serial line frequency up to the order of MHz.

Because the accumulation and process times are comparable we must use a blanking system to blank the electron beam during processing or we can use a frame-transfer CCD sensor with a separate image area and screened storage area of pixels.

Main results and experiments

The first experiments when the chip was bombarded by the electron beam, after debugging of electronics, were performed in the low energy scanning electron microscope developed in our Institute of Scientific Instruments (accelerating voltage 0 - 5 keV, clean vacuum (chamber 10^{-5} Pa, gun 10^{-7} Pa), PC-controlled optical system and specimen stage). A small board with the CCD sensor, nearest transistor and Faraday cup of picoammeter was attached to the x-y translation stage inside the chamber. The main electronics was situated outside the vacuum. The electron beam from the electron gun was defocused by switching-off the objective lens. The deflection system was switched-off too. We moved the Faraday cup with a hole of a diameter of 2 mm under such an electron beam (with a diameter more than 2 mm) and measured the beam current I_b and current density J_b . Next we moved the shielded CCD sensor with a hole of a diameter of 2 mm under the electron beam and measured the detected signal as a function of the integration time. The experimental configuration can be seen in Figure 5.

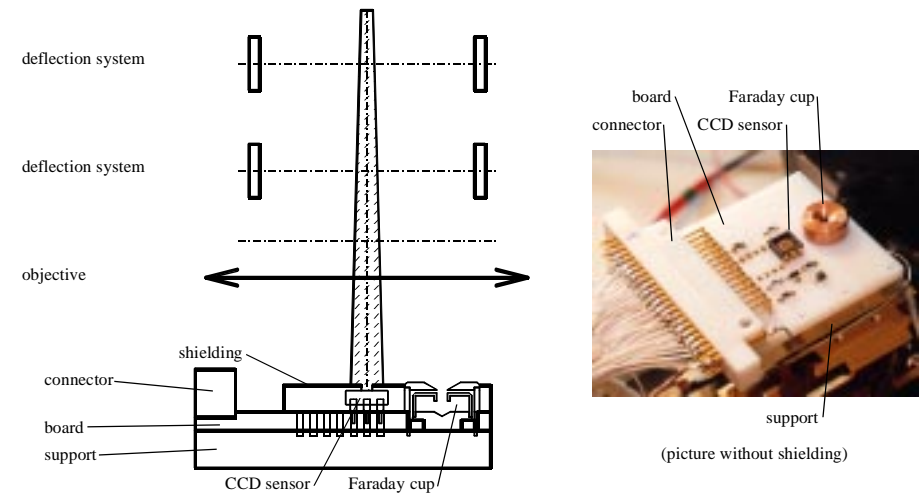


Figure 5. Experimental configuration.

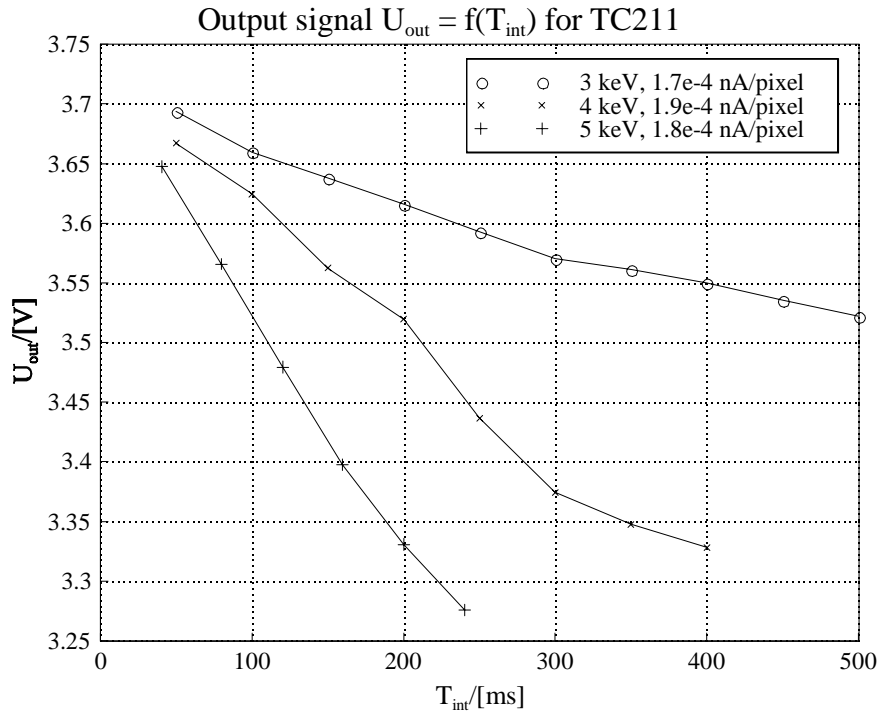


Figure 6. The output signal measured.

The responses for 3, 4 and 5 keV are presented in Figure 6. From the measured current I_b , output signal from the sensor U_{out} and integration time T_{int} we calculated the gain G and detection efficiency ε as a function of the incident electron energy E . The values of the gain and detection efficiency corresponding to the electron energy are: $G = (0.13, 0.23, 0.44)$, $\varepsilon = (1.6 \cdot 10^{-4}, 2.1 \cdot 10^{-4}, 3.2 \cdot 10^{-4})$.

Immediately after every measurement of the sensor when the chip was bombarded by the electron beam the dark current was measured. It was subtracted from the output signal to calculate the correct value of the gain and detection efficiency. The dark current was measured as an output signal without any illumination and electron bombardment. The first measurement of the dark current was made before the experiments with the electron beam - a current density of 2.4 nA/cm^2 was measured (at room temperature 22°C). The measured values during the experiments fluctuated from 5.0 nA/cm^2 to 19.0 nA/cm^2 in the dependence on the temperature and electron energy. The dose during one measurement was of the order of 10^9 electrons/pixel. The total dose was approximately $2 \cdot 10^{10}$ electrons/pixel during 10 hours. A larger radiation damage was noticed after exposure by a higher energy

electron beam ($E > 10 \text{ keV}$), after a long time from the last exposure (days-month) and after exposing the chip to air. In all cases it was helpful to scan the chip by using an electron beam of a low energy (5 keV) in the TV mode, and the dark current rapidly and significantly decreased to a value of about 10 nA/cm^2 .

For illustration, images of the grid and slot were scanned, see Figure 7. The specimen of a diameter of 3 mm in the holder of a diameter of 2 mm which worked as a shield was placed approximately 1 mm above the chip. The figure shows also the intensity profile along a horizontal line in an image of a slot to demonstrate the dynamic range. For a long integration time (above 10-20 ms) the dark signal and dark signal nonuniformity have the main influence on the attainment of the dynamic range. For a small integration time the dark signal and noise signal have the main influence. Our image of the slot has a dynamic range of 31 dB, for the integration time under 10 ms it increases above 50 dB.

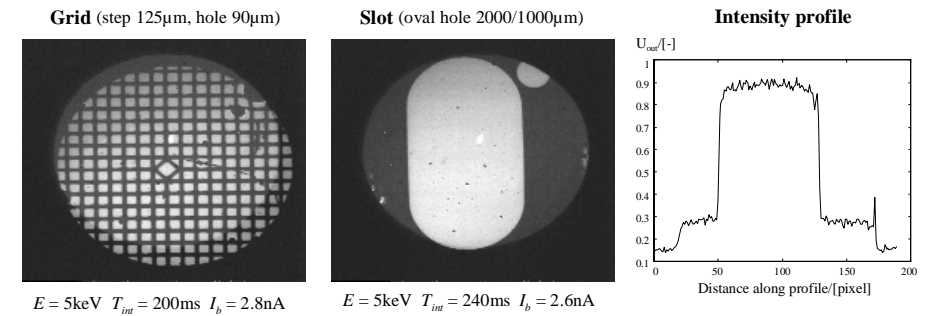


Figure 7. E-beam images of grid and slot.

Conclusion

The electronics for the detector of the angle and energy-selective detection of signal electrons in very low energy scanning electron microscopy (VLESEM) based on the directly electron-bombarded CCD sensor was designed, and the detection efficiency of the TC211 sensor was measured. The electronics based on the digital signal processor ADSP-2181 can operate the TC211 sensor at a frequency of 5.5 MHz and scan one image of a specimen in 13 minutes. But the detection efficiency and EBS gain for an energy of up to 5 keV are small, the impinging electrons do not generate a sufficient amount of electrons in the potential wells and so we cannot fully exploit the speed of the electronics.

A possible solution is to increase the energy of the primary beam and so the energy of the electrons of the signal beam up to a maximum of 10 keV, with respect to the other components of VLESEM. This increase does not influence the

observation of the specimens because thanks to the cathode lens we can adjust the energy of the electrons of the scanning probe to the desired value. We want to continue this way and to measure the detection efficiency of the TC211 sensor for a higher energy of electrons. This can bring problems with an increase in the dark current due to the bombardment of the sensor by higher energy electrons as discussed in the section Experiments and results above.

A second solution can be to replace the sensor by a low resolution thinned back-side illuminated CCD with an efficiency higher than 0.1 at energies below 5 keV. Such sensors have typically 3-phase parallel, 3-phase serial transfer architecture, so the number of clock signals needed to operate the sensor significantly increases in comparison with virtual-phase technology sensors. Along with this, the time needed to process the charge accumulated in CCD increases. It can be compensated by decreasing the resolution over the specimen. In the future, a new DSP could possibly help us reach the required resolution of 512 x 512 points.

References

- [1] LENC, M. Immersion objective lenses in electron optics. *PhD Thesis*. Delft University of Technology, The Netherlands, 1992.
- [2] MULLEROVÁ, I., LENC, M. The scanning very low energy electron microscope (SVLEEM). *Microchimica Acta Suppl.* 1992, 12, p. 173-177.
- [3] van ROOSBROECK, W. Theory of the Yield and Fano Factor of Electron-Hole Pairs Generated in Semiconductor by High-Energy Particles. *Phys. Rev.* 1965, 139 (5A), p. A1702-A1716.
- [4] FIEBIGER, J.R., MULLER, R.S. Pair-Production Energies in Silicon and Germanium Bombarded with Low-Energy Electrons. *J. Appl. Phys.* 1972, 43, p. 3202.
- [5] RICHARD, J.C., VITTOT, M. Recent developments and applications on electron-bombarded CCDs in image intensifier tubes. *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res.* 1992, A315, p. 368-374.
- [6] STEARNS, D.G., WIEDWALD, J.D. Response of charge-coupled devices to direct electron bombardment. *Rev.Sci.Instrum.* 1989, 60 (6), p. 1095-1103.
- [7] OPAL, Ch.B., CARRUTHERS, G.R. Evaluation of large format electron bombarded virtual phase CCDs as ultraviolet imaging detector". *SPIE* 1989, Vol. 1158 *Ultraviolet Technology III*, p. 96-103.
- [8] Texas Instruments. (1994). TC211 192- x 165-PIXEL CCD IMAGE SENSOR. *Area Array Image Sensor Products Data Book*, pp. 2-15.
- [9] HYNCEK, J. Virtual phase technology: A new approach to fabrication of large-area CCD's. *IEEE trans. on el. dev.* 1981, vol. ed-28, no. 5.

Curriculum vitae

Miroslav Horáček

Personal details:

Date of birth: 12th August 1964
Address: Zavřená 30, Brno

Married, 2 children (sons)

Education:

Technical University in Brno, Faculty of Electrical Engineering, Department of Radioelectronics. Specialization: Electronics of Devices. Graduated in 1987.

Now: 5th year of the post-graduate study at the Faculty of Electrical Engineering and Computer Science of Technical University in Brno. Subject of dissertation: Detection of the angular distribution of the signal electrons in VLESEM.

Practice:

1987 - 1993 Tesla Brno, development engineer at the department of electron beam lithography (ELG). Development of electrical components. An operator of ELG, a member of the group to mount and service ELG systems. Service trips to the USSR (later Russia) to Leningrad (later St. Petersburg) and Moscow in 1990-1993 for about 1 year in total.

Since 1993 Institute of Scientific Instruments, Academy of Sciences of the Czech Republic, development worker at the department of special technology. Development of a high voltage supply for an electron beam welding machine.

Language knowledge: Russian - fluently
English - fairly good

Abstrakt

Mikroskopické zkoumání pevných látek (zobrazení, studium struktury a složení) pomocí fokusovaného elektronového svazku v rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM - scanning electron microscope) je jednou ze základních experimentálních metod v přírodních vědách. V posledním desetiletí je značné úsilí věnováno nízkonapěťové rastrovací elektronové mikroskopii (LVSEM - low voltage SEM) s energiemi elektronů v intervalu 0,5 až 1 keV. Obvykle je hlavním důvodem snaha snížit radiační poškození citlivých vzorků (např. některé biologické nebo polovodičové struktury), popřípadě možnost snížení lokálního nabíjení špatně vodivých vzorků. Radikální změnou v LVSEM je užití velmi nízkých energií elektronových svazků, i pod 10 eV, kde již řada nepružných jevů (plasmonová excitace, ionizace hlubších hladin) není možná. Přitom ale je oblast energií 10 až 100 eV již několik let užívána v mikroskopii s pomalými elektrony s přímým (direct) zobrazením.

Při úvahách o koncepci rastrovacího mikroskopu s velmi pomalými elektrony - t. j. úvahách o způsobu jak vytvořit malou elektronovou sondu tvořenou elektrony s velmi nízkou energií, kterou necháme interagovat se zkoumaným vzorkem - se jeví jako velmi výhodné následující uspořádání: Ze zdroje elektronů-trysky získáváme svazek elektronů o energii několika keV. Tento relativně vysokoenergieový svazek zpracujeme elektronovou optikou mikroskopu a teprve bezprostředně před dopadem na vzorek jej zbrzdíme - snížíme energii letících elektronů na požadovanou velmi nízkou hodnotu - katodovou čočku. Hlavní přínos tohoto uspořádání se očekává od spojení katodové čočky s magnetickou fokusační čočkou. Tato kombinace, nazývaná imersní objektiv, slibuje výrazně lepší vlastnosti oproti objektivu tvořenému pouze magnetickou čočkou. Z použití katodové čočky vyplývá, že elektrony ve svazku od trysky po katodovou čočku budou mít vysokou energii. Zpracování takového svazku elektronovou optikou se bude dít s menšími vadami a s menším vlivem vnějšího rušení oproti variantě, ve které by elektrony měly nízkou energii již po opuštění trysky. Katodová čočka je podstatným prvkem odlišujícím VLESEM (very low energy SEM - rastrovací elektronový mikroskop s velmi pomalými elektrony) od SEM, stejně jako mikroskop s pomalými elektrony (LEEM - low energy electron microscope) od klasického elektronového mikroskopu (TEM - transmission electron microscope). V principu byla katodová čočka použita již v prvním rastrovacím mikroskopu a od té doby mnohokrát. Výhodné optické vlastnosti imersního objektivu (tvořeného magnetickou fokusační čočkou a katodovou čočkou) byly však v úplnosti popsány teprve nedávno (Lenc, 1992). Zatím jediné experimenty prokazující možnosti VLESEM byly realizovány v Ústavu přístrojové techniky (Müllerová a Lenc, 1992). Při těchto pokusech se ukázala výrazně zhoršená funkce klasických detektorů používaných v SEM. Sekundární a zpětně odražené elektrony jsou totiž zpětně urychleny v katodové čočce na energii blízkou energii

primárního svazku a pohybují se po podobných drahách jako primární elektrony. Ve snaze co nejeftivněji detekovat tyto signální elektrony bylo zrealizováno několik experimentů využívajících nestandardní provedení klasických detektorů a jejich netradiční umístění v komoře mikroskopu. Bohužel, v žádném z těchto experimentů nebylo možné detekovat centrální, z hlediska informace nejvzácnější a z hlediska signálu nejvýnosnější, část svazku signálních elektronů. Řešením problému je detekce signálních elektronů až po zpětném průchodu imersním objektivem a po následném oddělení od primárního svazku. K oddělení primárního a signálního svazku elektronů je vhodné použít Wienova filtru, využívajícího zkřížené elektrické a magnetické pole, podobně jako při oddělování osvětlovacího a zobrazovacího svazku v LEEMu. Hlavní výhodou tohoto typu separátoru je, že při vhodném naladění propouští primární svazek bez změny jeho dráhy, t. j. dráha primárního svazku je stejná jako v mikroskopu bez Wienova filtru.

Signální elektrony jsou ve VLESEM při zpětném průchodu imersním objektivem fokusovány do svazku, který nese ve svém průřezu informaci o prostorovém (úhlovém) uspořádání signálních elektronů po interakci elektronové sondy primárního svazku se vzorkem. Nabízí se tak možnost nasměrovat signální svazek na plošný detektor, který by dokázal toto úhlové uspořádání detekovat a vzniklých kontrastů využít pro vytvoření obrazu pozorovaného vzorku. Pro plnohodnotnou detekci a možnost dalšího zpracování této informace o studovaném vzorku je třeba použít detektor, který má charakter matice detekčních elementů-pixelů. Jednalo by se vlastně o obrazový snímač. Jako nejelegantnější řešení, které nabízí současná technologie, se zdá použití polovodičového obrazového snímače. V této kategorii existují dva základní typy a to CMOS snímače a CCD snímače. CMOS snímače se dále dělí na pasivní a aktivní (APS) z nichž druhé zaznamenaly v posledních letech nebyvalý rozvoj a nabízí dříve neexistující možnosti jako je přímý přístup k jednotlivým elementům obrazové matice. Protože smyslem práce je prověřit možnost přímé detekce signálních elektronů, je třeba posoudit možnosti polovodičových snímačů z tohoto hlediska. Všechny CCD a CMOS APS snímače z principu mohou detekovat elektrony přímo. O vhodnosti snímače pro přímou detekci elektronů rozhoduje technologie jeho výroby. K parametrům popisujícím chování snímače v režimu přímé detekce elektronů patří zesílení a detekční účinnost snímače, které závisí na energii dopadajících elektronů a rušivé signály snímače, které popisují míru radiačního poškození. Hlavním motivem pro použití režimu přímého bombardování elektrony je kaskádní zesilovací mechanismus, při kterém jeden dopadající elektron generuje v polovodiči značný počet párů elektron-díra, a to úměrně své energii. Tento počet určuje zesílení snímače. U CCD snímačů existují dvě varianty: čelně exponované snímače a ztenčené ze zadní strany exponované snímače. Technologie ze zadní strany exponovaných snímačů se snaží vyřešit hlavní problém čelně exponovaných snímačů a to pokles detekční účinnosti vlivem průchodu elektronů přes metalizační a izolační vrstvy na povrchu čipu.

Zatímco u ze zadní strany exponovaných snímačů je jejich zadní strana vždy tvořena přímo polovodičem, u čelně exponovaných snímačů struktura na povrchu závisí na technologii. Proto detekční účinnost různých snímačů je velmi odlišná. U CMOS snímačů takovéto dělení není známo a v principu se tedy jedná o čelně exponované snímače. Technologie výroby má kromě vlivu na zesílení a detekční účinnost také vliv na radiační poškození čipu vlivem bombardování elektrony. K hlavnímu poškození dochází v izolační vrstvě mezi polovodičem a hradlovými elektrodami a při rozhraní izolátor-polovodič. Proto jsou ionizujícím zářením vznikajícím při dopadu elektronů ohroženy hlavně čelně osvětlované snímače.

Přes zdánlivě širokou paletu polovodičových obrazových snímačů jsou možnosti výběru poměrně úzké, protože jsou omezeny požadovanými parametry specifické aplikace, jakou detekce úhlového rozdělení signálních elektronů v rastrovacím mikroskopu s velmi nízkou energií elektronů je. K hlavním požadavkům patří rychlost zpracování obrazové informace z detektoru, kdy jeden snímek vzorku s rozlišením 512 x 512 bodů bychom měli vytvořit za asi 10 minut. To vyžaduje použít snímač s malým rozlišením abychom nezpracovávali zbytečně mnoho elementů obrazu. Předpokládá se, že pro rozlišení úhlového rozdělení v signálním svazku postačí snímač s maticí 64 x 64 pixelů. Toto rozlišení je poměrně malé oproti typickému obrazovému snímači. I pro tyto, z hlediska časového příznivé podmínky výpočetní odhady ukazují, že pro zpracování obrazové informace o úhlovém rozdělení bude třeba použít rychlé digitální signálové procesory.

Z provedeného rozboru problematiky detekce signálních elektronů v nízkenergiovém rastrovacím mikroskopu vyplývá, že je možné detekovat úhlové rozdělení těchto elektronů a to při použití vhodného plošného detektoru. Ověření realizovatelnosti této myšlenky bylo zvoleno za téma této disertační práce, jejíž cíl můžeme formulovat takto: Cílem práce je navrhnout detektor pro detekci úhlového a energiového rozdělení signálních elektronů v rastrovacím mikroskopu s velmi nízkou energií elektronů, jehož jádrem bude CCD snímač pracující v režimu přímého bombardování elektrony (Electron-Bombarded CCD - EBCCD). Splnění tohoto úkolu předpokládá vyřešit tři hlavní problémy: Vybrat vhodný plošný CCD snímač, navrhnout elektroniku pro řízení detektoru a určit optimální energii signálních elektronů bombardujících CCD snímač.

Řešení úkolu má velký význam z praktického hlediska: Oddělovač primárního a signálního svazku a detektor úhlového rozdělení budou podstatnými součástmi příští generace mikroskopů s pomalými elektrony. Z užšího hlediska elektronové optiky poskytne detektor možnost experimentálního ověření správnosti a přesnosti výpočtů elektrických a magnetických polí a trajektorií Wienova filtru. Úspěšné završení práce by přineslo možnost využít při mikroskopickém zkoumání pevných látek nový typ detektoru a tak rozšířit metody zkoumání vzorků v rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Během práce na problematice detekce úhlového a energiového rozdělení signálních elektronů v rastrovacím mikroskopu s velmi nízkou energií elektronů (VLESEM) byla navržena a realizována elektronika detektoru se CCD snímačem v režimu přímého bombardování elektrony na místě plošně selektivního detekčního prvku a bylo měřeno zesílení a detekční účinnost snímače TC211. Elektronika detektoru je postavená na digitálním signálovém procesoru ADSP-2181, který jednak generuje taktovací pulsy pro hradlové elektrody CCD snímače a současně zpracovává zdigitalizovaný obrazový signál. Obrazová informace o úhlovém rozdělení signálních elektronů je zpracovávána v procesoru a výsledná data jsou posílána po standardní sériové lince do PC, kde jsou použita zejména pro vytvoření obrazu pozorovaného vzorku na obrazovce monitoru. Takto koncipovaný hardware detektoru společně se softwarem běžícím v DSP, který využívá schopnost DSP vykonávat v jednom taktu více instrukcí, umí řídit CCD snímač TC211 a zpracovává signál o úhlovém rozdělení elektronů s frekvencí 5,5 MHz a připravit data pro jeden obrázek vzorku s rozlišením 512 x 512 bodů za 13 minut. K této době je třeba ještě připočítat dobu potřebnou na přenos dat ze signálového procesoru do PC, které řídící program v PC použije pro vykreslení obrázku vzorku na monitoru, a která činí 273 s. Navržená elektronika v součinnosti s řídícím programem v PC je tak schopna vytvořit jeden obrázek vzorku za asi 18 minut a to za předpokladu, že použitý snímač bude mít zesílení 150 (pro použitou energii primárního resp. signálního svazku) (při této hodnotě zesílení se maximálně využije ideální dynamický rozsah CCD snímače TC211 a zároveň se neprodlužuje doba integrace náboje v potenciálových jámách). Zesílení a detekční účinnost snímače jsou však pro energie do 5 keV malé, dopadající elektrony negenerují dostatečné množství elektronů v potenciálových jámách snímače a proto nelze plně využít rychlost elektroniky. Pro změřené zesílení 0,44 na energii 5 keV by vytvoření jednoho obrázku trvalo 584 minut. Z těchto údajů vyplývá, že rychlost samotné elektroniky detektoru téměř vyhovuje zadáním požadovaným 10 minutám avšak snímač TC211 je jako detekční prvek pro energie signálních elektronů do 5 keV nepoužitelný. Celková doba potřebná pro vytvoření jednoho obrázku může být zkrácena zásahem do všech tří částí detektoru, které k celkovému času přispívají: snímače, samotné elektroniky a přenosu dat do PC.

Změny na úrovni snímače musí přinést zvýšení zesílení asi o dva řády a k tomu se nabízí několik variant. Jedním z řešení by mohlo být zvýšení energie elektronů primárního svazku a tím zvýšení energie elektronů i v signálním svazku až do maximálně 10 keV, s ohledem na ostatní prvky optické soustavy VLESEM. Toto zvýšení energie nijak neovlivní pozorování vzorků protože díky katodové čočce můžeme nastavit energii elektronů v sondě rastrující vzorek na požadovanou hodnotu.

Druhý řešením může být náhrada čelně osvětlovaného snímače TC211 ztenčeným ze zadní strany osvětlovaným snímačem s nízkým rozlišením s dostatečně vysokou detekční účinností na energiích pod 5 keV.

Jako třetí cestu je vhodné prozkoumat, jakým přínosem pro detektor může být použití CMOS APS snímače.

Zpracování signálu v elektronice detektoru je třeba zrychlit o desítky procent aby byl splněn požadovaný časový limit. Nejjednodušší cestou je prostá záměna signálového procesoru za tentýž typ avšak s kratší dobou instrukčního cyklu. Již dnes je k dispozici signálový procesor ADSP-2181 s dobou instrukčního cyklu 25 ns (oproti použitému procesoru s 30 ns cyklem). Opět v souvislosti s objevením se CMOS APS snímačů je vhodné prostudovat jaký vliv na dobu zpracování signálu ze snímače má jiný způsob řízení těchto snímačů.

Zkrácení doby potřebné pro přenos dat ze signálového procesoru do PC může přinést zkrácení celkové doby potřebné pro vytvoření jednoho obrázku o desítky procent. Ke zvýšení rychlosti přenosu mohou vést dvě cesty. Zvýšit rychlost standardní sériové linky až na maximální mez, kterou toto rozhraní umožňuje nebo použít pro přenos dat jeden ze dvou synchronních sériových portů signálového procesoru.

O radiačním poškození čipu a jeho vlivu na rušivé signály snímače a tím na dosažitelný reálný dynamický rozsah je možné říci, že pro krátké expoziční časy (pod 10-20 ms), na kterých musí v definitivní verzi detektor pracovat, lze dosáhnout hodnot uváděných výrobcí snímačů pro expozici fotony a to bez ochlazování čipu. Z hlediska životnosti snímače byla pozorována možnost regenerace, t. j. snížení rušivých signálů, přerastováním čipu v TV režimu elektronovým svazkem o nízké energii (≈ 5 keV). Zejména při použití ze zadní strany osvětlovaného čipu na energiích pod 5 keV se zřejmě není třeba obávat nepříznivých důsledků.

Z rozboru dosažených parametrů, ze získaných zkušeností a z nástinu možných cest dalšího vývoje detektoru vyplývá, že nezbytným krokem zřejmě bude použití ztenčeného ze zadní strany osvětlovaného snímače. Nalezení takového snímače a jeho použití v EBCCD detektoru společně s rychlejší verzí digitálního signálového procesoru může s velkou pravděpodobností otevřít dveře k detektoru, který již plně vyhoví všem požadovaným parametrům.

Pro další výzkum je také velmi důležité, že v rámci disertační práce bylo navrženo a užito experimentální zařízení a vypracována metodika experimentů. Poznatky získané při návrhu elektroniky, psaní řídicích programů a měření CCD čipu mohou značně usnadnit implementaci jiného snímače do detektoru úhlového rozdělení signálních elektronů v nízkooenergiovém mikroskopu.