

## РАСШИРЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКИХ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ ДЕТЕКТИРОВАНИИ ОБРАТНОРАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

© 2023 г. С. В. Зайцев<sup>а</sup>, Е. Ю. Зыкова<sup>а</sup>, Э. И. Рау<sup>а,\*</sup>,  
А. А. Татаринцев<sup>а</sup>, В. А. Киселевский<sup>а</sup>

<sup>а</sup>Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, Физический факультет  
Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, 1

\*e-mail: rau@phys.msu.ru

Поступила в редакцию 21.12.2022 г.

После доработки 18.01.2023 г.

Принята к публикации 07.02.2023 г.

Приводятся новые возможности режима детектирования обратнорассеянных электронов в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ). Получила дальнейшее развитие методика определения химического состава зондируемого участка образца по предварительно откалиброванной шкале серого экрана СЭМ. Приведены простые соотношения для практического применения при нахождении толщин тонких пленок на массивной подложке. Определены параметры двойного слоя пленочной наноструктуры на подложке, т.е. глубины залегания и толщины подповерхностных фрагментов микрообъекта. Предложена методика измерения поверхностного потенциала отрицательно заряжающихся диэлектрических образцов при облучении электронами средних энергий.

DOI: 10.31857/S0032816223040092, EDN: SUMXJW

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Режим детектирования обратнорассеянных электронов (ОРЭ) в сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) широко используется для визуализации композиционного химического состава исследуемого образца и для получения изображений подповерхностных деталей структуры. Эти достоинства ОРЭ обусловлены их высокой чувствительностью к атомному номеру  $Z$  вещества и их большой глубиной выхода, сравнимой с глубиной пробега первичных электронов в мишени [1].

Уже на первых этапах развития сканирующей электронной микроскопии и вплоть до настоящего времени находит применение методика получения информации о структуре образца путем количественной градации шкалы серого экрана СЭМ по величине сигнала детектируемых ОРЭ. Но в опубликованных работах приводятся, как правило, только частные случаи исследования конкретных образцов. Так, в работах [2–4] определялись весовые составы гетероструктур  $Al_xGa_{1-x}As$  и  $AlGaN$ , а в работе [5] – композиционный состав минералов. Наиболее полно эта методика описана в работе [6] на примере определения состава напыленных на подложку металлов. В настоящей работе указанный метод калибровки шкалы серого экрана СЭМ по тестовым образцам-стандар-

там конкретизирован с учетом реальных вкладов в детектируемый сигнал коэффициентов ОРЭ, их средней отраженной энергии и аппаратной функции, зависящей от энергии ОРЭ.

В связи с интенсивным развитием нанотехнологий не менее востребованы и методики определения локальных толщин пленок, наносимых на массивные подложки, а в более общем случае – определение локальных толщин скрытых под поверхностью матрицы пленочных наноструктур. Довольно популярный метод просвечивающей электронной микроскопии [7] пригоден для определения толщин только тонких, прозрачных для электронов пленок. Поэтому более универсальными представляются методы сканирующей электронной микроскопии, позволяющие зондировать массивные твердотельные микроstructures. Измерение толщин ультратонких пленок, нанесенных на массивную подложку, осуществляется в СЭМ при детектировании либо интегрального потока ОРЭ [8–10], либо их энергетических спектров [11, 12]. Этой проблематике посвящен и ряд теоретических исследований [13–15]. В работе [16] предпринята попытка вывести расчетные соотношения сигнала от ОРЭ для многослойных структур, но они носят слишком обобщенный характер.

В настоящей работе приведено более конкретное решение указанной задачи. В заключительной части статьи предложено новое применение метода калибровочной шкалы серого экрана СЭМ с целью определения значений потенциалов поверхности диэлектриков, возникающих при их облучении электронами средних энергий.

## 2. ОСНОВЫ МЕТОДИКИ

При облучении мишени электронами отраженный поток ОРЭ детектируется полупроводниковыми или сцинтилляционными детекторами, которыми снабжены все современные СЭМ. В общем виде сигнал от ОРЭ выражается формулой:

$$I_s = I_0(1 - \eta_{Si})\eta_s\Omega\left(\frac{E_s}{E_i}\right)F, \quad (1)$$

где  $I_0$  – ток электронного зонда СЭМ;  $\eta_{Si}$  – коэффициент отражения электронов от материала детектора;  $\Omega$  – телесный угол сбора ОРЭ;  $\eta_s$  – коэффициент обратного рассеяния электронов от образца в данной точке зондирования;  $E_i$  – энергия ионизации материала детектора;  $\langle E_s \rangle = \varepsilon_s E_0$  – средняя энергия ОРЭ в данной точке;  $\varepsilon_s$  – коэффициент отраженной средней энергии ОРЭ;  $E_0$  – энергия первичных электронов;  $F = 1 - E_{th}/\langle E_s \rangle$  – функция отклика (аппаратная функция детектора);  $E_{th} \approx 1$  кэВ – пороговая энергия отсечки сигнала в детекторе.

В процессе проведения экспериментов сомножитель  $I_0(1 - \eta_{Si})\Omega/E_i$  поддерживается постоянным, поэтому выражение (1) можно представить в следующем виде:

$$I_s = C\eta_s\langle E_s \rangle F, \quad (2)$$

где  $C = \text{const}$ ;  $\eta_s, \langle E_s \rangle$  – искомые параметры образца, зависящие от композиционной структуры и энергии первичных электронов  $E_0$ .

Чтобы определить эти параметры мы поступаем следующим образом. На первом этапе экспериментов на предметный столик вместе с исследуемым образцом помещают два однородных массивных образца-стандарта с различающимися атомными номерами  $Z_1$  и  $Z_2$ . Эти стандарты выбираются с учетом предварительного рентгено-спектрального микроанализа исследуемого компонента. По данным анализа выбираются стандарты с наименьшим атомным номером  $Z_1$  и наиболее высоким номером  $Z_2$ . Это делается для того, чтобы охватить на шкале серого контраста весь диапазон значений сигнала от 0 до 1. При такой установке градации сигнала на экране СЭМ регистрируется перепад сигнала  $I_s$  в 2%, что соответствует чувствительности глаза человека различать перепад яркости двух соседних точек на изображениях в 2%. Тогда сигналы  $I_s$  с детектора

для двух стандартов при каждой энергии  $E_0$  записываются в следующем виде:

$$\begin{aligned} I_{01}(Z_1, E_0) &= L + K(\eta_{01}\varepsilon_{01}F_1); \\ I_{02}(Z_2, E_0) &= L + K(\eta_{02}\varepsilon_{02}F_2). \end{aligned} \quad (3)$$

Из этих уравнений по измеренным сигналам  $I_{01}$  и  $I_{02}$  находим два неизвестных параметра  $L$  и  $K$ , причем значения  $\eta_0(E_0)$  и  $\varepsilon_0$  определяются по следующим соотношениям [17]:

$$\begin{aligned} \eta_0(Z, E_0) &= \beta[1 - \exp(-0.0066\beta^{-2.5}Z)]; \\ \beta &= 0.4 + 0.065 \ln(E_0); \end{aligned} \quad (4)$$

$$\varepsilon_0 = \frac{\langle E \rangle}{E_0} = 0.47(1 + 1.4\eta_0). \quad (5)$$

Что касается аппаратной функции детектора  $F$ , то в настоящей работе мы предлагаем новое полуэмпирическое выражение для нее:

$$F = \left[ 1 - \frac{0.8 + 0.2|\ln \eta|}{\langle E \rangle} \right], \quad (6)$$

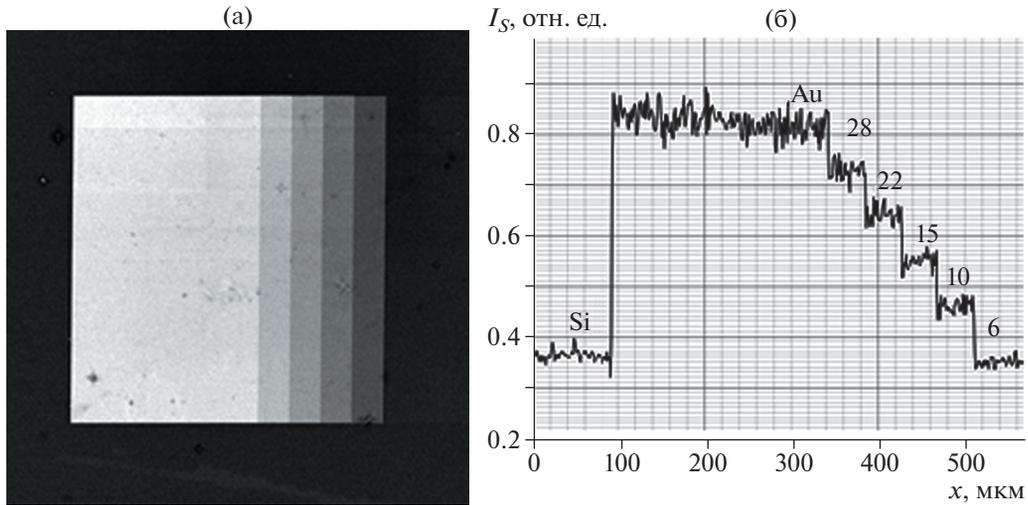
отличающееся от выражений в [1, 10, 11] большим соответствием экспериментальным данным.

Выражение (5) получено нами эмпирически на основе уточненных данных работы [18]. Эксперименты проводились на СЭМ LEO-1455 (Zeiss, Германия), снабженном как стандартными детекторами ОРЭ, так и оригинальным высокоэффективным четырехквadrантным Si-детектором, описанным в [19]. Последний позволяет осуществлять дополнительную сепарацию сигналов по углам вылета ОРЭ, что дает представление о средних глубинах отражения электронов под выбранными углами.

## 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛОКАЛЬНЫХ ТОЛЩИН НАНОПЛЕНОК И ГЛУБИН ИХ ЗАЛЕГАНИЯ

Приведем конкретные примеры применения описанной выше методики. На рис. 1а приводится снимок тестовой калиброванной структуры, состоящей из Si-подложки, на которую последовательно нанесены 5 пленок Au, толщиной 6, 10, 15, 22 и 28 нм. Профили сигнала  $I_s$ , снятые поперек этих полосок при энергии первичных электронов  $E_0 = 10$  кэВ, приводятся на рис. 1б. Образцами-стандартами служили подложка Si и массивный стандарт Au. Значения сигналов на шкале серого экрана были равны  $I_{01}(\text{Si}) = 0.37$ ,  $I_{02}(\text{Si}) = 0.9$ . Согласно уравнениям (3–6) имеем:

$$\begin{aligned} \eta_{01}(\text{Si}) &= 0.186, & \varepsilon_{01}(\text{Si}) &= 0.592; \\ \eta_{02}(\text{Au}) &= 0.496, & \varepsilon_{02}(\text{Au}) &= 0.796; \\ F_1(\text{Si}) &= 0.844, & F_2(\text{Au}) &= 0.952; \\ I_{01}(\text{Si}) &= 0.37 = L + 0.0929K; \end{aligned} \quad (7)$$



**Рис. 1.** Изображение (а) и профили сигнала  $I_s$  (б) калиброванной тестовой структуры “пленка Au на Si-подложке”. Цифры у кривых – толщина Au-пленки в нанометрах.

$$I_{01}(\text{Au}) = 0.9 = L + 0.376K.$$

Отсюда  $K = 1.696$ ;  $L = 0.213$ , т.е. выражение для расчета сигнала  $I_s$  будет следующим:

$$I_s = 0.213 + 1.696(\eta_{sf}\epsilon_{sf}F), \quad (8)$$

где  $\eta_{sf}$  и  $\epsilon_{sf}$  относятся к системе “пленка Au–подложка Si”.

Проверим соответствие расчетных и экспериментальных значений сигнала для калиброванного образца. Коэффициент обратного рассеяния электронов  $\eta_{sf}$  для композиции “пленка на подложке” находится из соотношения [20]:

$$\eta_{sf} = \eta_{s0} + (\eta_{f0} - \eta_{s0})\left(\frac{\eta_f}{\eta_{f0}}\right), \quad (9)$$

где  $\eta_{s0}$  – коэффициент обратного рассеяния электронов от массивной подложки, а  $\eta_{f0}$  – от материала массивной покровной пленки и  $\eta_f$  – от пленки. Для рассматриваемого нами примера (пленка Au толщиной  $d$  на массивной подложке Si) эти коэффициенты рассчитываются по формуле (5), а множитель  $\eta_f/\eta_{f0}$  в рассматриваемом здесь случае, согласно [18, 21], равен

$$\begin{aligned} \frac{\eta_f}{\eta_{f0}} &= 1 - \exp\left[-A\left(\frac{d}{R_0}\right)^p\right] = \\ &= 1 - \exp\left[-23.7\left(\frac{d}{R_0}\right)^{1.41}\right], \end{aligned} \quad (10)$$

где параметры  $A$  и  $p$  для Au равны:  $A = 23.7$ ,  $p = 1.41$  [21], а глубина пробега  $R_0$  первичных электронов в массивном материале [22] определяется как

$$R_0 = \frac{74E_0^{1.55}}{\rho}, \quad R_0(\text{Au}) = 3.83E_0^{1.55}. \quad (11)$$

В выражении (11)  $R_0$  измеряется в нанометрах, удельная плотность материала мишени  $\rho$  – в граммах на кубический сантиметр,  $E_0$  – в килоэлектронвольтах. Для  $E_0 = 10$  кэВ и  $d_1(\text{Au}) = 6$  нм расчеты дают:  $R_0 = 136$  нм;  $\eta_f/\eta_{f0} = 0.253$ ;  $\eta_{sf} = 0.267$ ;  $\epsilon_{sf} = 0.646$ ;  $F_1 = 0.888$ . В итоге, согласно уравнению (8),  $I(d_1) = 0.48$ . Экспериментальное значение, согласно рис. 1,  $I(d_1) \approx 0.46$ , т.е. расхождение расчетных и экспериментальных данных незначительно, в пределах 4%. Аналогичные оценки для  $d_5 = 28$  нм дают  $I(d_5) = 0.82$  как в эксперименте, так и в расчетах. Таким образом, можно констатировать, что предложенный алгоритм нахождения толщин пленочных покрытий на массивных подложках верен.

Типичные зависимости  $I_s$  как функции от  $E_0$  и толщин пленок приведены на рис. 2. С хорошей точностью эти результаты согласуются с аналогичными данными, приведенными в работах [12, 14], но полученными по другим методикам.

Перейдем теперь к анализу многослойных наноструктур, в частности к системам “двойной негетерогенный слой на подложках”. Практически эта задача еще не была решена, хотя был предпринят ряд теоретических попыток [12, 13, 16]. Рассмотрим типичный пример такого многослойного образца. Предварительно методом рентгено-спектрального анализа [23] было установлено, что данный образец состоит из массивной подложки Si, на которую последовательно нанесены сначала 4 слоя Ni-пленки различной толщины  $d_i$ , а затем 4 слоя Al-пленки также различной толщины  $t_i$ . Изображения этого образца, снятые при

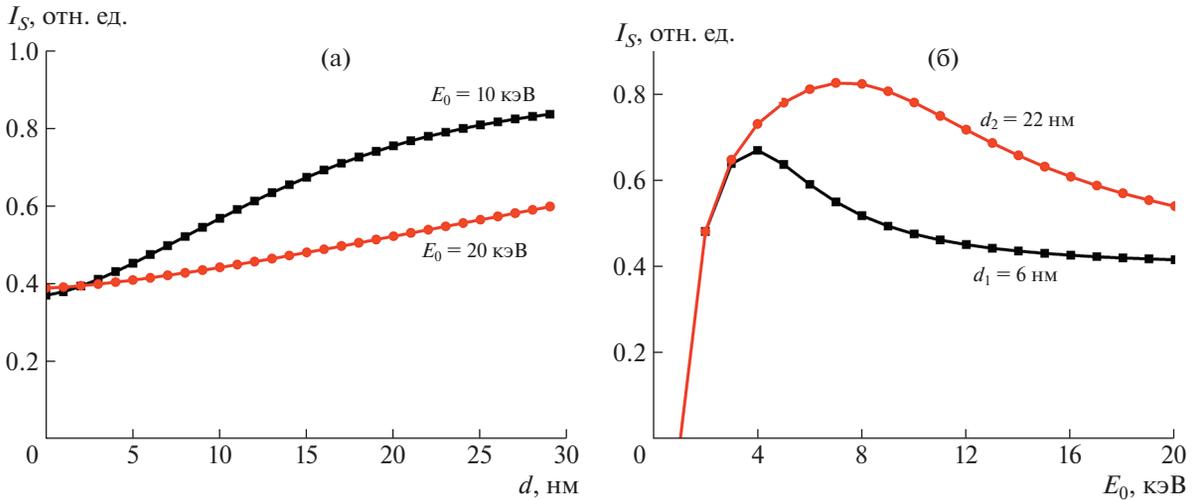


Рис. 2. Зависимости сигнала  $I_s$ : а – от толщины покровной пленки Au на Si-подложке при различных энергиях  $E_0$ ; б – от энергии  $E_0$  при различных толщинах (цифры у кривых) покровной пленки Au на Si-подложке.

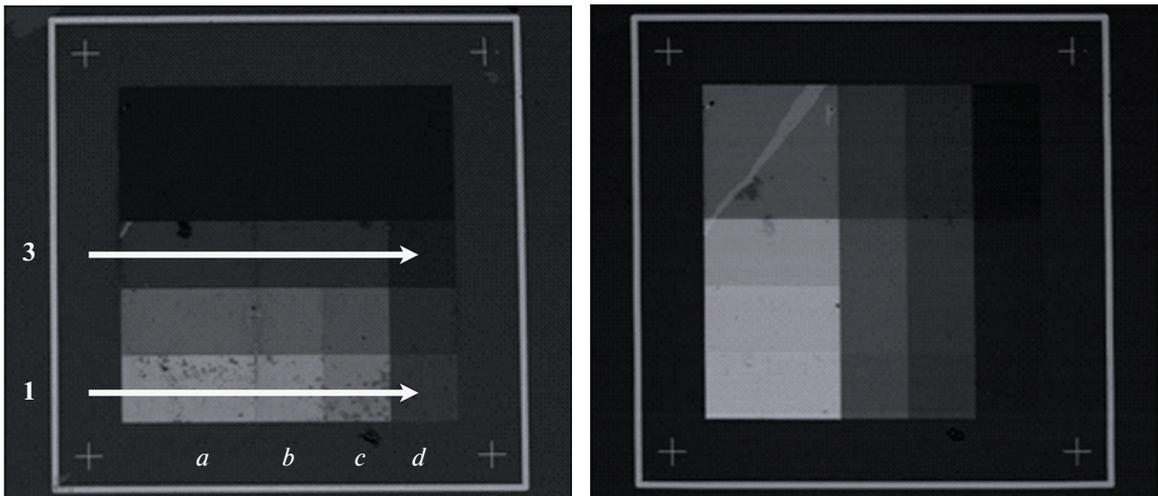


Рис. 3. Изображения многослойной наноструктуры Si–Ni–Al, снятые при энергиях  $E_0 = 7$  кэВ (а) и 15 кэВ (б).

двух энергиях первичных электронов, приведены на рис. 3, а типичные профили детектируемого сигнала  $I_s$ , снятые вдоль линии сканирования по оси  $X$ , – на рис. 4. По ним определяются значения сигналов  $I_s$  в каждой характерной области, т.е. в 16-ти локальных участках наноструктуры. В этом случае все приведенные выше расчетные формулы остаются в силе, но с одной существенной поправкой – в качестве подложки для покровной пленки Al выступает не Si-подложка, а система “пленка Ni на Si-подложке”.

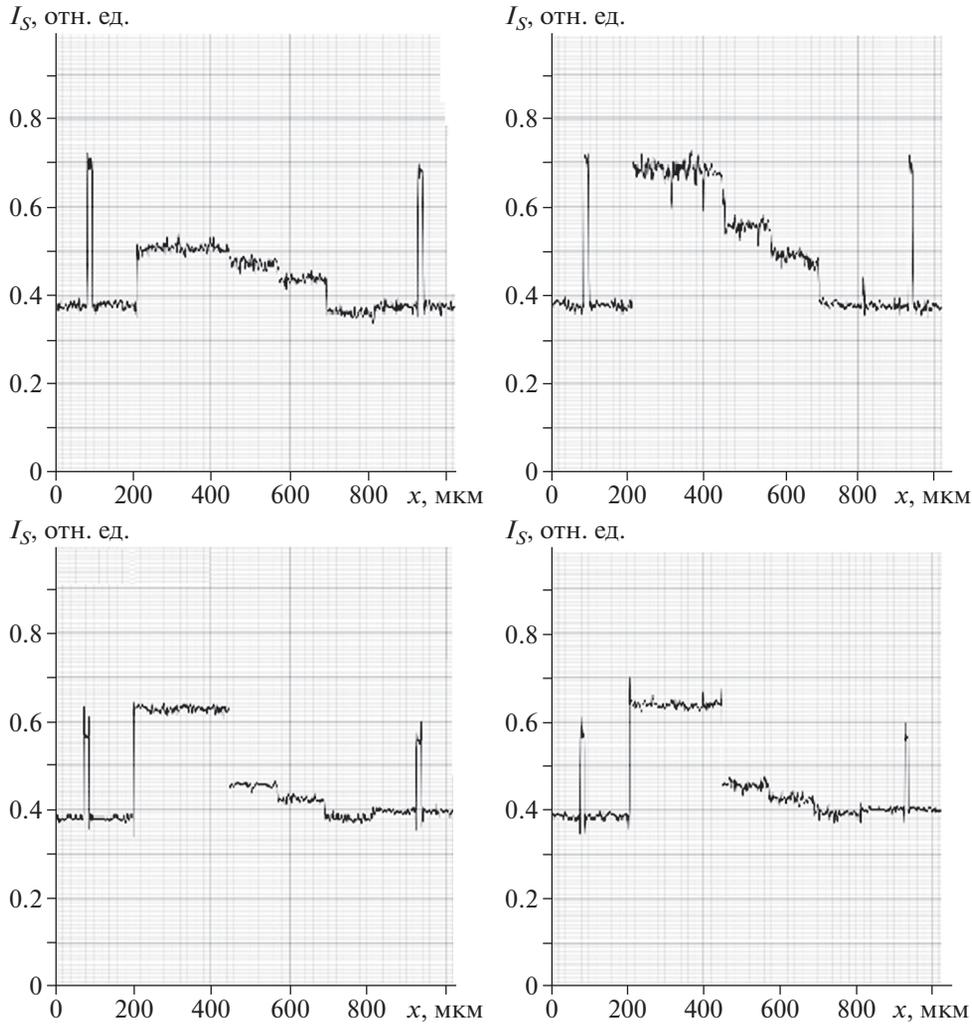
Этот фактор вносит ключевые изменения в расчеты сигнала  $I_s$  от многослойной структуры. Прежде всего, необходимо учитывать то важное обстоятельство, что при прохождении слоя  $t$  верхней покровной пленки (в данном случае пленки

Al) первичные электроны теряют интенсивность и энергию в указанном слое. Эти потери выражаются коэффициентом прохождения (трансмиссии) электронов  $\eta_t$  и коэффициентом потерь средней энергии этих электронов  $\epsilon_t$ .

Ослабление потока первичных электронов при прохождении лицевого слоя Al толщиной  $t$  описывается соотношениями [18]:

$$\eta_t = \exp\left[-4.6\left(\frac{t}{R_2}\right)^2\right]; \quad \epsilon_t = 0.935 \exp\left(-\frac{t}{R_2}\right). \quad (12)$$

Здесь  $R_2(\text{Al})$  [нм] =  $27.5 E_0^{1.55}$ , где  $E_0$  – в килоэлектронвольтах.



**Рис. 4.** Профили сигнала  $I_s$  многослойной наноструктуры Si–Ni–Al, снятые при энергиях  $E_0 = 7$  кэВ (верхний ряд) и 15 кэВ (нижний ряд) вдоль линий  $Zabcd$  (слева) и  $labcd$  (справа), обозначенных на рис. 3 стрелками.

В результате, например, при  $E_{01} = 7$  кэВ имеем для пленки Al толщиной  $t = 30$  нм  $R_2(\text{Al}) = 561$  нм  $\eta_t = 0.987$ ,  $\epsilon_t = 0.886$ . Далее, указанный поток определяет новые коэффициенты ОРЭ в Ni и Si, а также новую глубину  $R_1$  пробега в Ni. С учетом средней энергии падения первичных электронов  $E = 0.886 \cdot 7 = 6.06$  кэВ на систему “Si–Ni” эти значения теперь будут равны:  $R_1(\text{Ni}) = 79$  нм,  $\eta_0(\text{Ni}) = 0.32$ ,  $\eta_0(\text{Si}) = 0.197$ .

При этих значениях для  $d(\text{Ni}) = 180$  нм получаем, согласно (9):

$$\frac{\eta_f}{\eta_0}(\text{Ni}) = 1 - \exp\left(-6.41 \left(\frac{180}{79}\right)^{1.65}\right) = 1;$$

$$\eta_{sf} = 0.197 + (0.32 - 0.197) \cdot 1 = 0.32.$$

Новый коэффициент отражения с учетом коэффициента  $\eta_t$  будет равен

$$\eta'_{sf} = 0.32 \cdot 0.987 + [\eta_0(\text{Al}) - 0.316] \frac{\eta_f}{\eta_0}(\text{Al}),$$

где  $\eta_0(\text{Al}) = 0.1836$ ;  $\eta_f/\eta_0(\text{Al}) = 1 - \exp(-4.93(t/R_2)^2) = 0.014$ , т.е.  $\eta'_{sf} = 0.314$ ;  $\epsilon'_{sf} = 0.677$ ;  $F' = 0.868$ ,  $S = 0.868 \cdot 0.677 \cdot 0.314 = 0.184$ .

Значения сигнала  $I_s$  при  $E_0 = 7$  кэВ, найденные по образцам-стандартам Si и Ni, определяются по формуле:

$$I_s(7 \text{ кэВ}) = 0.064 + 3.486(\eta'_{sf}\epsilon'_{sf}F') = 0.064 \cdot 3.4865 \cdot 0.184 = 0.705. \tag{13}$$

Рассчитанное по этой формуле значение  $I_s = 0.705$  хорошо коррелирует с экспериментальным значением  $I_s = 0.7$ .

Указанные оценки проведены для априорно известных значений:  $d = 180$  нм и  $t = 30$  нм. В общем случае параметры  $d$  и  $t$  неизвестны, поэтому

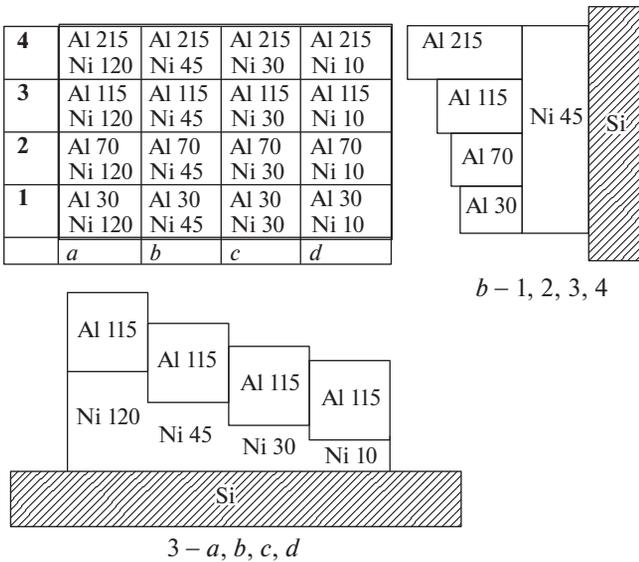


Рис. 5. Значения толщин (в нанометрах) пленок Ni(*d*) и Al(*t*) в каждой ячейке многослойного образца.

для их нахождения требуется еще одно уравнение вида (13). Для этого находим сигнал  $I_s$  при второй энергии электронов  $E_0 = 15$  кэВ:

$$I_s(15 \text{ кэВ}) = -0.14 + 5.706 \cdot S(15 \text{ кэВ}) = 0.64. \quad (14)$$

Решая совместно систему двух уравнений (13) и (14), находим два неизвестных искомых значения  $d$  и  $t$  в каждой выбранной локальной области образца. Определенные таким образом значения толщин пленок  $d(\text{Ni})$  и  $t(\text{Al})$  приведены на рис. 5.

Погрешность определения толщин пленок двухслойной структуры на массивной подложке не превосходит 10%. Отметим, что наши оценки толщин пленок схожей структуры, приведенные в работе [24], дают те же результаты. Результаты, полученные в настоящей работе, отличаются большей точностью, чем опубликованные в работе [25]. Описанный выше прием нахождения глубин и толщин приповерхностных фрагментов может быть экстраполирован и на большее количество слоев.

#### 4. О ВОЗМОЖНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ПОТЕНЦИАЛОВ ЗАРЯДКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ

Предложенная в настоящей работе методика количественных измерений сигнала от ОРЭ в СЭМ может быть распространена на практически важную проблему измерений отрицательных потенциалов заряжающихся при электронном облучении диэлектриков [26]. Уточним и более детально обсудим эту возможность.

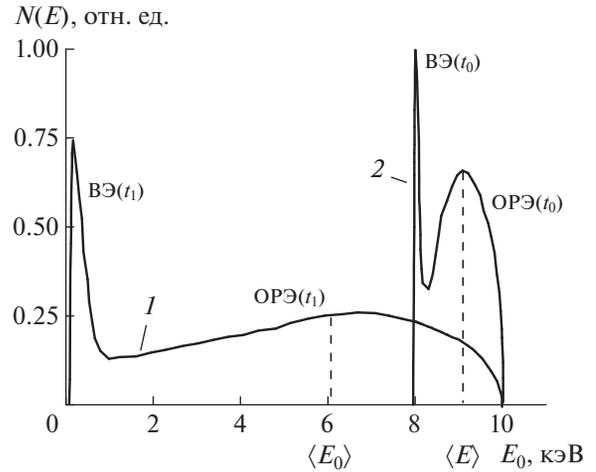
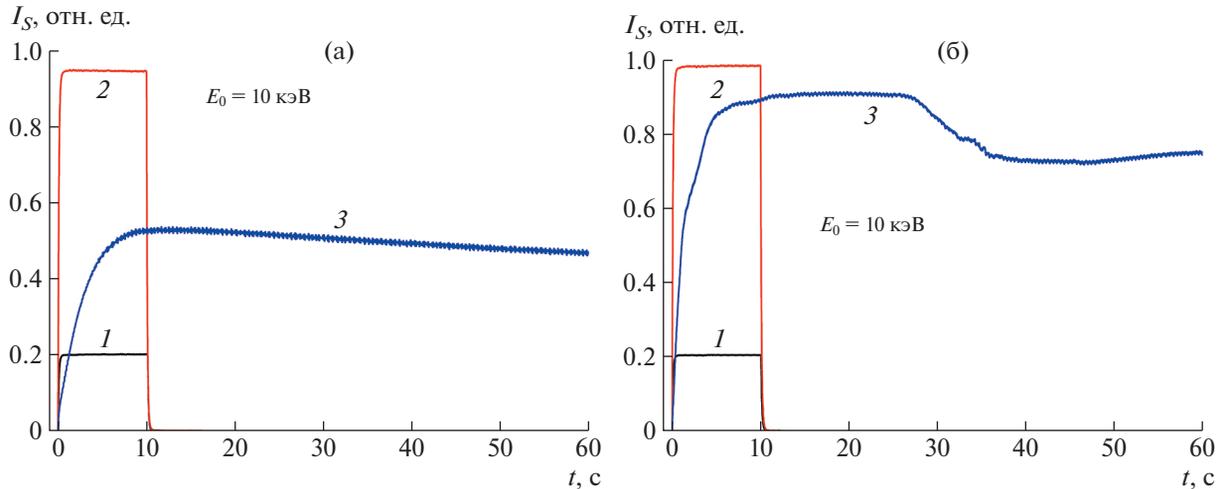


Рис. 6. Качественное представление формы спектров эмитированных электронов (вторичных (ВЭ), обратнорассеянных ОРЭ) в начальное время облучения (1) и в состоянии равновесия (2).

Рассмотрим вначале решение прямой задачи процесса зарядки диэлектрической мишени на примере облучения  $\text{SiO}_2$  электронами с энергией  $E_0 = 10$  кэВ. Из работы [27] известно, что этот образец заряжается до равновесного потенциала  $V_{s0} = -8$  кВ, в то время как коэффициент вторичной электронной эмиссии  $\delta_0$  в сумме с коэффициентом обратного рассеяния электронов  $\eta_0$  уже в начальные моменты облучения  $t_1$  достигает значения  $\delta(t_1) + \eta(t_1) = 1$ . В эксперименте образец размером  $100 \times 100$  мкм облучался током первичных электронов  $I_0 = 1$  нА.

Качественный спектр эмитированных электронов для незаряженного диэлектрика в начальное время облучения  $t_1$  представлен на рис. 6 (кривая 1). По мере отрицательной зарядки поверхности над образцом образуется электрическое поле  $E$ , которое, с одной стороны, тормозит первичные электроны, уменьшая их энергию до  $E_L(t) = E_0 - qV_S(t)$ , а с другой стороны, увеличивает энергию эмитированных электронов (вторичных электронов (ВЭ) и ОРЭ) на ту же величину. В итоге при достижении равновесного состояния зарядки через время облучения  $t_0$  форма спектра эмитированных электронов  $N(E)$  трансформируется, приобретая вид кривой 2 на рис. 6.

Калибровка шкалы серого экрана СЭМ в условных единицах сигнала  $I_s$  от 0 до 1 проводится по приведенной ранее формуле  $I_{Si} = L + K(\eta \epsilon F)$ . Первое значение  $I_s$  берется для незаряженного образца, т.е. в начальный период облучения  $t_1$ , когда  $V_S \approx 0$ . Второе значение  $I_{s2}$  берется при наступлении равновесного состояния зарядки через время  $t_0$ , когда  $V_S = V_{s0}(t_0)$ . Такая калибровка пригодна



**Рис. 7.** Экспериментальное измерение сигнала с детектора отраженных электронов  $I_s$  в процессе зарядки диэлектриков  $\text{SiO}_2$  (а) и ПТФЭ (б) электронным пучком с энергией 10 кэВ и током 100 пА. Площадь облучения  $100 \times 100 \text{ мкм}^2$ . 1 и 2 – сигналы от Al при энергии первичных электронов  $E_0 = 10 \text{ кэВ}$  и токах 100 и 500 пА соответственно, 3 – сигнал от диэлектриков при токе 100 пА.

для решения прямой задачи, когда величина  $V_{S0}$  априори известна.

Рассмотрим этот случай для  $\text{SiO}_2$  ( $\bar{Z} = 10$ ) при  $E_0 = 10 \text{ кэВ}$  для начального времени облучения  $t_1 = 1 \text{ с}$ , когда  $V_S = 0$  и энергия падающих электронов  $E_L = E_0$ . Расчетные параметры следующие:  $\eta_{01}(t \approx 0) = 0.14$ ;  $\epsilon_{01} = 0.562$ ;  $F_{01} = 0.788$ ,  $I_1 = 0.1$  (рис. 7а), поэтому первое уравнение для сигнала имеет вид

$$I_1 = 0.1 = L + KS_1 = L + K(\eta_{01}\epsilon_{01}F_{01}) = L + 0.0638K.$$

Второе уравнение для сигнала  $I_2$  получаем для случая равновесной зарядки при  $t = t_0$ , когда  $V_{S0} = -8 \text{ кэВ}$ , т.е. при реальной энергии падающих электронов  $E_L = E_0 - qV_{S0} = 2 \text{ кэВ}$ . Теперь имеем следующие параметры для ОРЭ:  $\eta_{02} = 0.175$ ;  $\epsilon_{02} = 0.585$ ;  $F_{02} = 0.836$ . Для ускоренных ВЭ имеем соответственно  $\delta = 1 - 0.175 = 0.825$ ;  $\epsilon_{SE} = 0.8$ ;  $F_{SE} = 0.9$ . Для упрощения расчетов усредним эти параметры, в результате чего получим  $\eta = 1$ ;  $\bar{\epsilon} = 0.6925$ ;  $\bar{F} = 0.868$ , т.е.  $\bar{S} = 0.6$  и в итоге  $I_2(t_0) = 0.5 = L + 0.6K$ .

Из значений  $I_1$  и  $I_2$  получаем  $L = 0.07$ ,  $K = 0.746$ , тогда расчетная формула принимает вид  $I_s = 0.07 + 0.746(\eta\epsilon F)$ , что дает расчетное значение  $I_s = 0.517$ , которое совпадает с экспериментом (рис. 7а). Аналогичный результат получается и при исследовании зарядки политетрафторэтилена (ПТФЭ) (рис. 7б).

Значительно более сложным является решение обратной задачи: как по измеренным экспе-

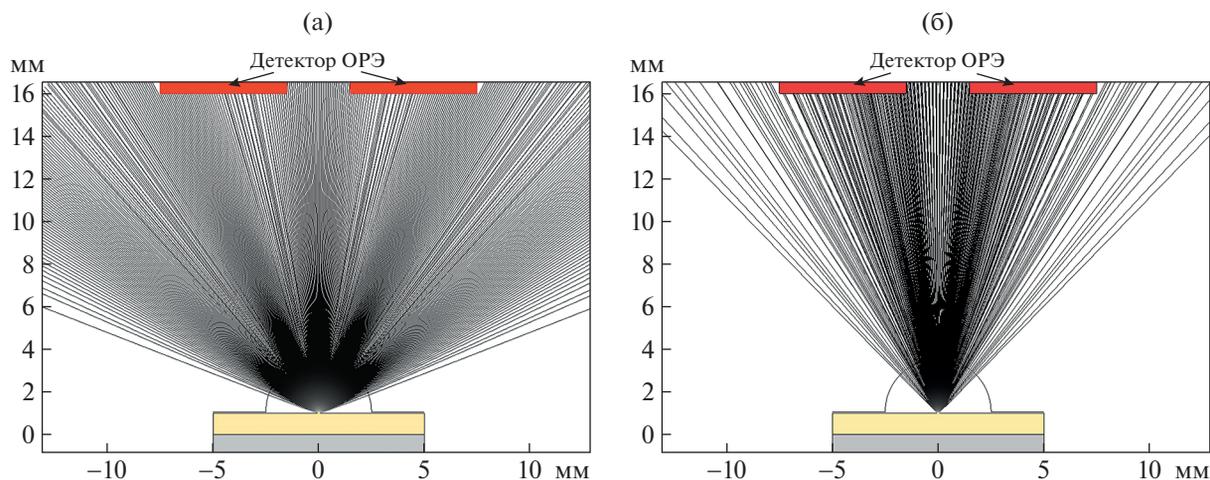
риментальным сигналам  $I_s$  определить неизвестную величину  $V_S$ ? Для решения этой задачи можно откалибровать шкалу серого по сигналам с металлической мишени ( $V_S \equiv 0$ ) при различных токах зонда  $I_0$ . Результаты калибровочных экспериментов приведены на рис. 7. Например, для  $E_0 = 10 \text{ кэВ}$  значения сигнала от Al-мишени равны:  $I_1 = 0.2$  для  $I_0 = 100 \text{ нА}$  и  $I_2 = 0.95$  для  $I_0 = 500 \text{ нА}$ . Соответствующие уравнения сигналов имеют вид:

$$\begin{aligned} I_1 = 0.2 &= L + 0.0823K; \\ I_2 = 0.95 &= L + 0.875K, \end{aligned} \quad (15)$$

где  $S_1 = 0.0823 = 0.175 \cdot 0.585 \cdot 0.804$ ;  $S_2 = 0.4115 = 0.175 \cdot 0.8 \cdot 0.94$ . Отсюда  $K = 2.28$ ,  $L = 0.012$  и расчетная формула:

$$I_s = 0.012 + 2.28(\eta\epsilon F). \quad (16)$$

Следуя этой формуле, получаем для равновесного состояния при  $qV_S = 8 \text{ кэВ}$ ,  $S = 0.6$ ,  $I_s = 1.38$ , т.е. ожидаемый сигнал намного больше измеренного сигнала  $I_s(\text{SiO}_2) = 0.51$  (см. рис. 7). Это разительное отличие является следствием паразитного эффекта ухода большей части отраженных электронов в мертвую центральную зону детектора ОРЭ. Соответственно, на рабочую поверхность детектора падает только 37% от всего отраженного потока электронов. Причиной тому является эффект фокусировки отраженных электронов в локальном электрическом поле заряженного участка поверхности мишени. Этот эффект наглядно демонстрирует рис. 8, где приводятся расчетные траектории вторичных электронов над заря-



**Рис. 8.** Расчетные траектории вторичных электронов над поверхностью заряжающегося диэлектрика в начальный момент зарядки (потенциал принят равным  $-10$  В) (а) и в равновесном состоянии (б), когда потенциал поверхности  $-8$  кВ. Детектор отраженных электронов размещен в верхней части области моделирования (изображен красным цветом). Над образцом, как и в экспериментах, находится заземленная сетка диаметром 8 мм.

женным образом в геометрии наших экспериментов. С помощью программы Comsol Multiphysics рассчитывались эквипотенциальные линии, а исходя из их распределения, — траектории электронов.

Для практической реализации описанного выше метода оценки потенциалов необходимо реализовывать новую постановку экспериментов, сводящую влияние вышеуказанного паразитного фактора к минимуму. Эта задача пока не решена, работы продолжаются.

#### ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант № 23-22-00083).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Reimer L. Scanning Electron Microscopy. Physics of Image formation and Microanalysis. 2-d ed. Berlin: Springer, 1998.
2. Sercel P.C., Lebens J.A., Vahala K.J. // Review of Scientific Instruments. 1989. V. 60. № 12. P. 3775. <https://doi.org/10.1063/1.1140489>
3. Guritagaitia A., Rosenkranz R., Löffler M., Clausner A., Standke Y., Zschech E. // Ultramicroscopy. 2018. V. 195. P. 47. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.08.026>
4. Müller E., Gerthsen D. // Ultramicroscopy. 2017. V. 173. P. 71. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2016.12.003>
5. Sánchez E., Torres Deluigi M., Castellano G. // Microscopy Microanal. 2012. V. 18. P. 1355. <https://doi.org/10.1017/S1431927612013566>
6. Hyonchol Kim, Tsutomu Negishi, Masato Kudo, Hiroyuki Takei, Kenji Yasuda // Journal of Electron Microscopy. 2010. V. 59. № 5. P. 379. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfq012>
7. Zhang H.R., Egerton R.F., Malac M. // Micron. 2012. V. 43. P. 8. <https://doi.org/10.1016/j.micron.2011.07.003>
8. Niedrig H.J. // J. Applied Physics. 1982. V. 53. № 4. P. R15. <https://doi.org/10.1063/1.331005>
9. Wilson D.J., Curzon A.E. // Thin Solids Films. 1988. V. 165. № 1. P. 217. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(88\)90692-X](https://doi.org/10.1016/0040-6090(88)90692-X)
10. Зайцев С.В., Купреенко С.Ю., Рау Э.И., Татаринцев А.А. // ПТЭ. 2015. № 6. С. 51. <https://doi.org/10.7868/S0032816215060129>
11. Купреенко С.Ю., Орликовский Н.А., Рау Э.И., Тагаченков А.М., Татаринцев А.А. // ЖТФ. 2015. Т. 85. № 10. С. 101. <https://doi.org/10.1134/S1063784215100205>
12. Афанасьев В.П., Капля П.С., Костановский И.А. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2013. № 2. С. 30. <https://doi.org/10.7868/S0207352812080045>
13. Михеев Н.Н. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2020. № 12. С. 70. <https://doi.org/10.31857/S1028096020120201>
14. Dapor M., Bazzanella N., Toniutti L., Miotello A., Crivellari M., Gialanella S. // Surf. Interf. Anal. 2013. V. 45. P. 677. <https://doi.org/10.1002/sia.5144>
15. Assa'd A.M.D. // Applied Physics A. 2018. V. 124. P. 699. <https://doi.org/10.1007/s00339-018-2073-8>
16. August H.-J., Wernisch J. // J. Microscopy. 1990. V. 157. № 2. P. 247. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.1990.tb02962.x>

17. *Staub P.-F.* // J. Phys. D: Appl. Phys. 1994. V. 27. P. 1533.  
<https://doi.org/10.1088/0022-3727/27/7/030>
18. *Fitting H.J.* // J. of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. 2004. V. 136. № 3. P. 265.  
<https://doi.org/10.1016/j.elspec.2004.04.003>
19. *Rau E.I., Karaulov V.Yu., Zaitsev S.V.* // Review of Scientific Instruments. 2019. V. 90. № 2. P. 023701.  
<https://doi.org/10.1063/1.5054746>
20. *De Nee P.B.* Scanning Electron Microscopy. S.E.M. Inc. / Ed. O'Hare. NY.: 1978. V. 1. P. 741.
21. *Забродский В.В., Зайцев С.В., Караулов В.Ю., Рау Э.И., Смоляр В.А., Шерстнёв Е.В.* // Изв. РАН. Сер. физич. 2019. Т. 83. № 11. С. 1488.
22. *Cosslett V.E., Thomas R.N.* // British J. Appl. Phys. 1964. V. 15. № 8. P. 883.  
<https://doi.org/10.1088/0508-3443/15/8/303>
23. *Бакалейников Л.А., Домрачева Я.В., Заморянская М.В., Колесникова Е.В., Попова Т.Б., Флегонтова Е.Ю.* // Физика и техника полупроводников. 2009. Т. 43. № 4. С. 568.
24. *Hejna J.* // Scanning. 1992. V. 14. P. 256.  
<https://doi.org/10.1002/sca.4950140503>
25. *Рау Э.И., Зайцев С.В., Караулов В.Ю.* // Письма в ЖТФ. 2022. Т. 48. № 23. С. 22.  
<https://doi.org/10.21883/PJTF.2022.23.53947.19361>
26. *Рау Э.И., Татаринцев А.А., Купреенко С.Ю., Зайцев С.В., Подбуцкий Н.Г.* // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2017. № 10. С. 69.  
<https://doi.org/10.7868/S0207352817100110>
27. *Рау Э.И., Татаринцев А.А.* // Физика твердого тела. 2021. Т. 63. № 4. С. 483.  
<https://doi.org/10.21883/FTT.2021.04.50713.246>