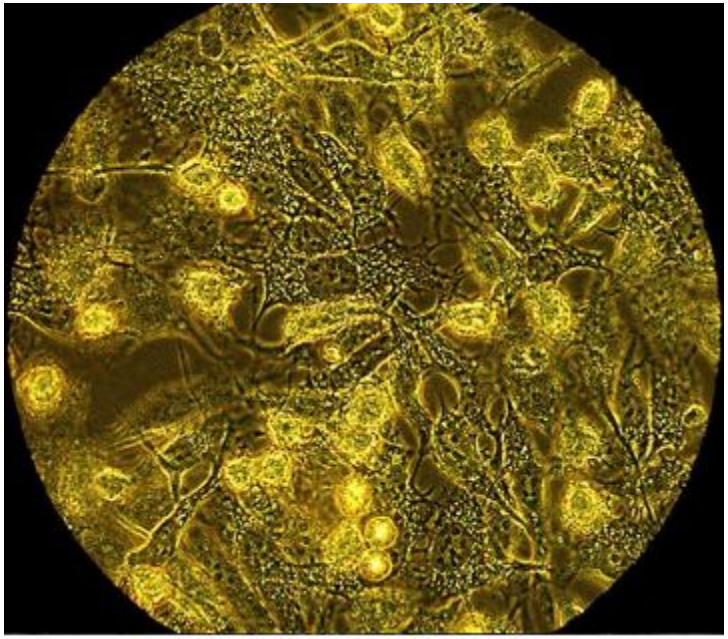
Введение. Назначение РЭМ

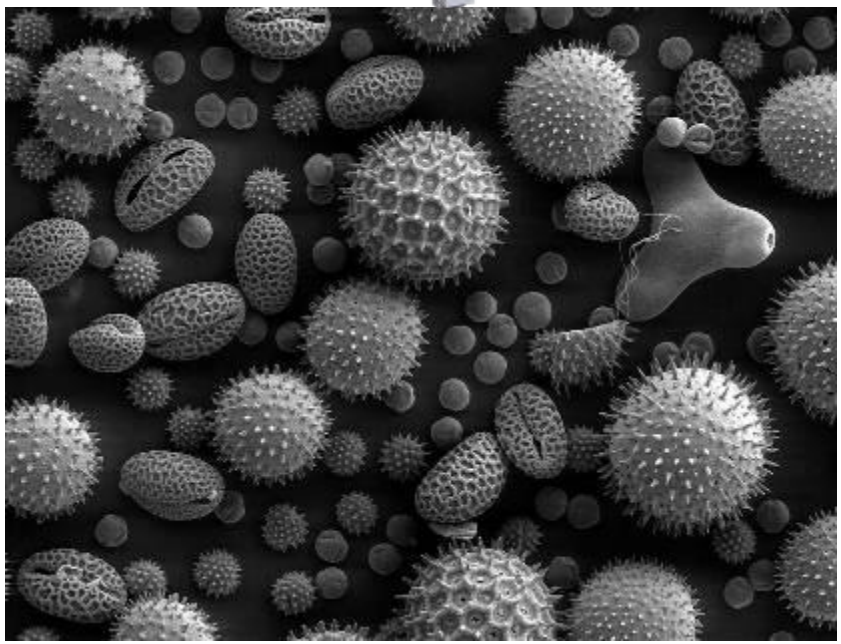
Получение увеличенного изображения объектов

Оптический микроскоп

Растровый электронный микроскоп

Изображение пыльцы

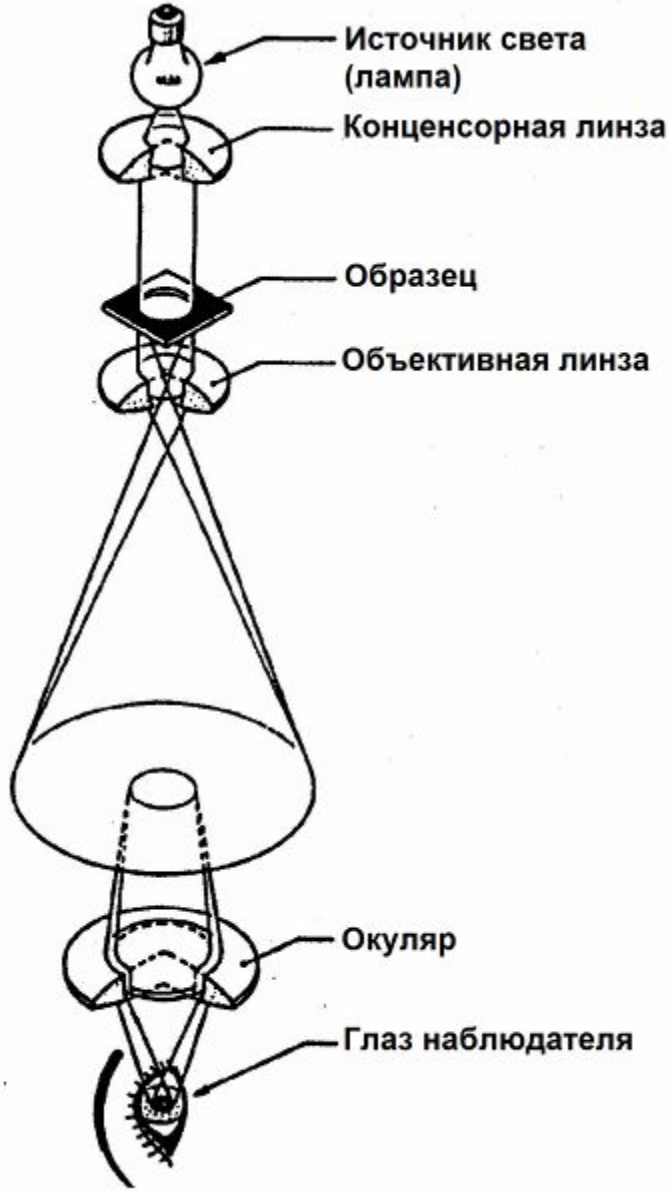


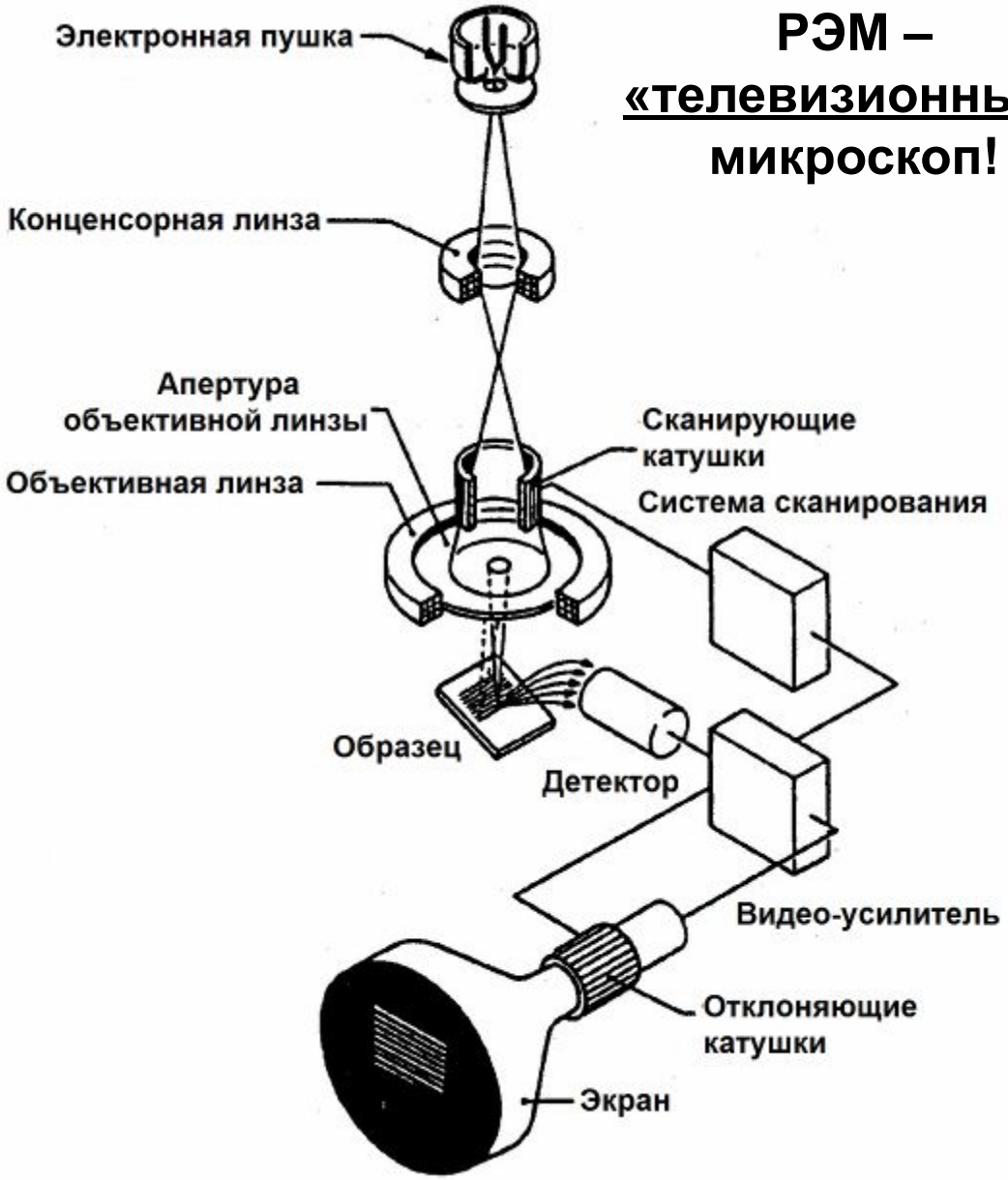


Увеличение: до 1 000 – 1 500 раз

до 100 000 – 200 000 раз

Введение. Принцип работы

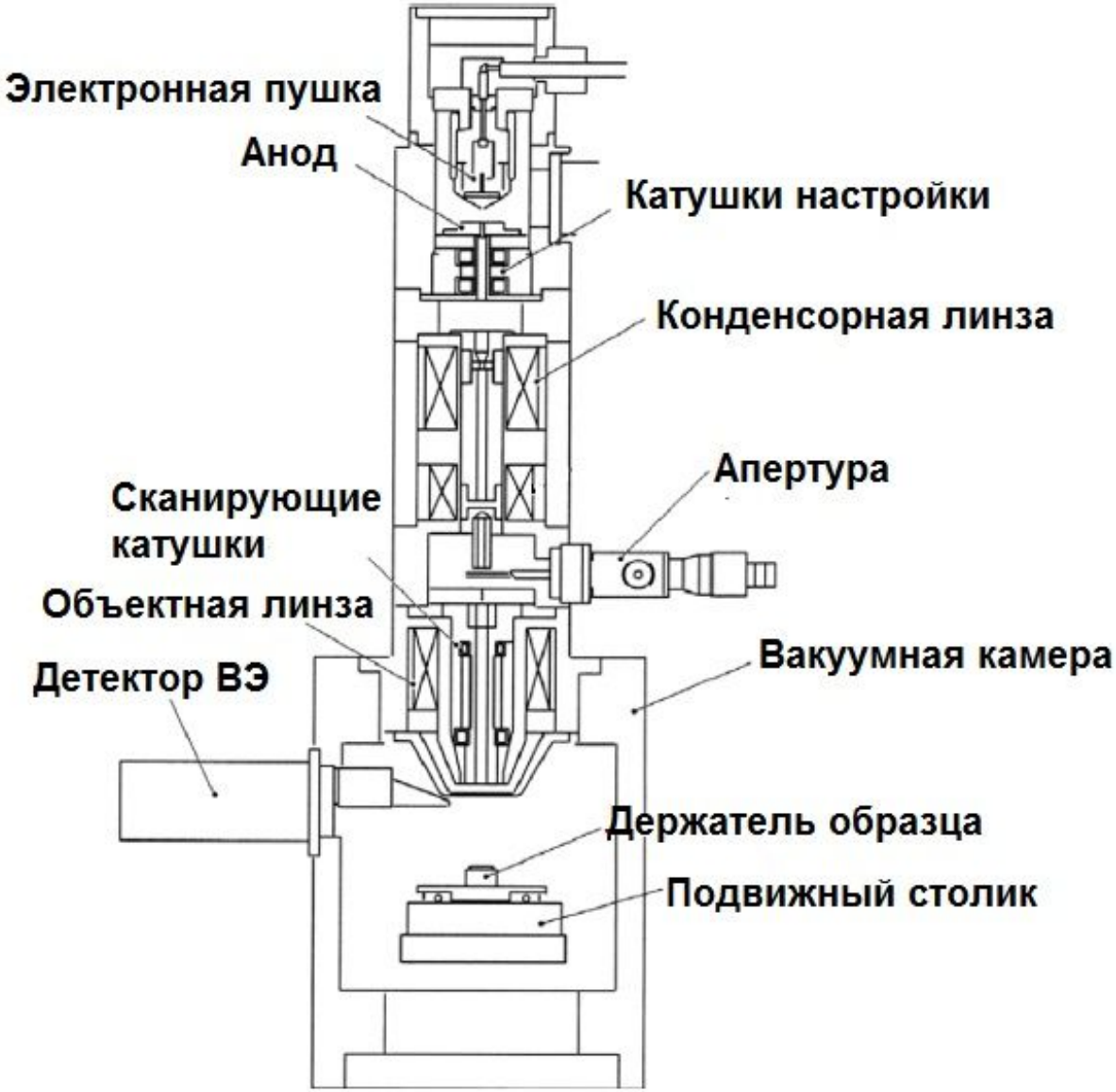




РЭМ –
<u>«телевизионный»</u>
микроскоп!

Устройство РЭМ

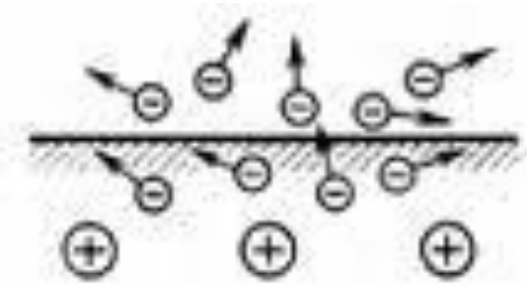
Основные узлы РЭМ



Электронная оптика

Термоэлектронная эмиссия

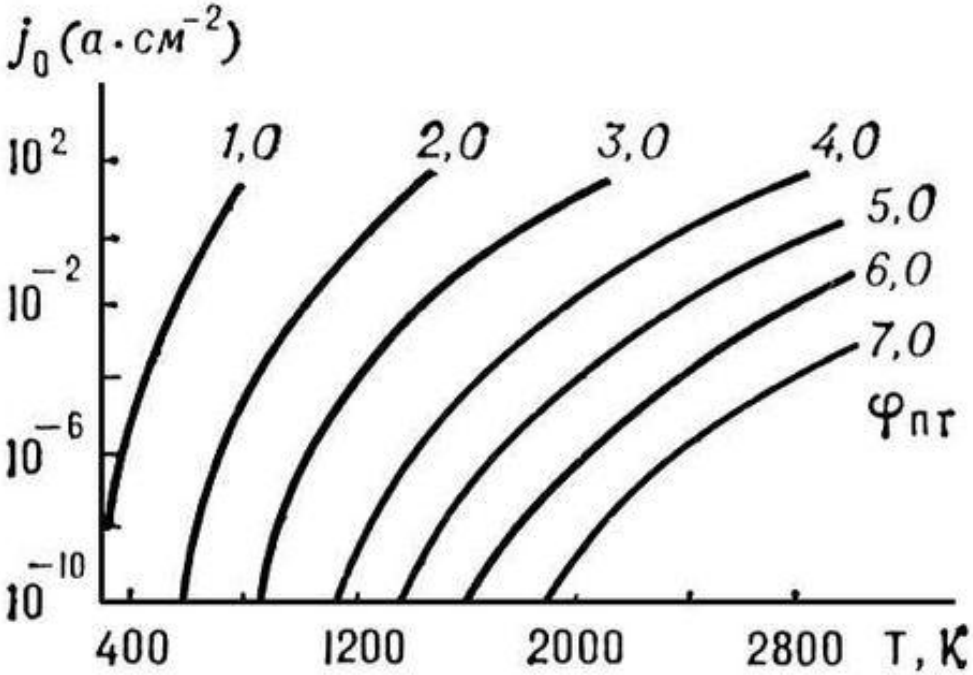
Термоэлектронная эмиссия (**эффект Ричардсона**, **эффект Эдисона**) — явление испускания электронов нагретыми телами.



$$j_c = AT_c^2 \exp\left(-\frac{\varphi_W}{kT_c}\right)$$

$$k = 1{,}38 \cdot 10^{-23} \text{ Дж} \cdot \text{К}^{-1}$$

$$A \approx 120 A \cdot K^{-2} \cdot \text{см}^{-2}$$



φ_W – работа выхода материала катода (2- 6 эВ)
При T=273 °K kT = 0,025 эВ

Автоэлектронная эмиссия

Автоэлектронная (полевая) эмиссия – явление выхода электронов из металла или полупроводника под действием сильного электрического поля. Название, отражающее природу явления – туннельная эмиссия.

$$j_c = \frac{k_1 E^2}{\varphi_{Weff}} \exp\left(-\frac{k_2 \varphi_{Weff}^{3/2}}{|E|} \right)$$

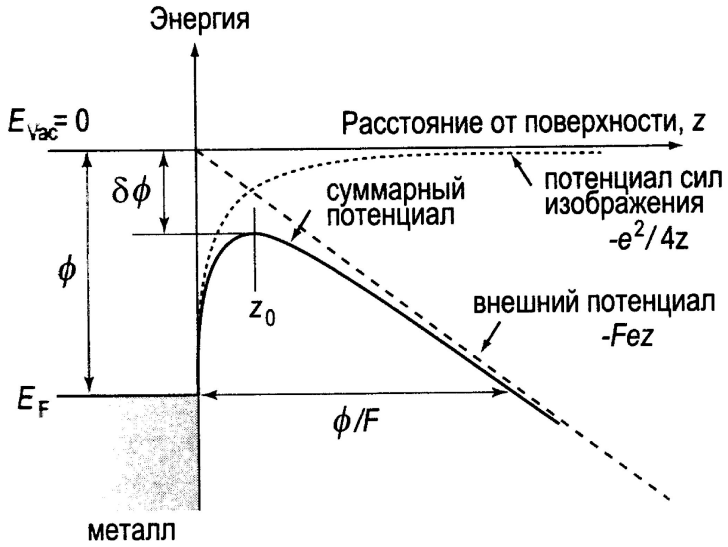
$$B > c10^7$$

$$j_c = \frac{k_1 E^2}{\phi_w} \exp\left(-\frac{k_2 \phi^{3/2}}{|E|} \right)$$

φ_{Weff} – эффективная работа выхода материала катода

Тс – температура катода

Е – напряженность поля вблизи катода



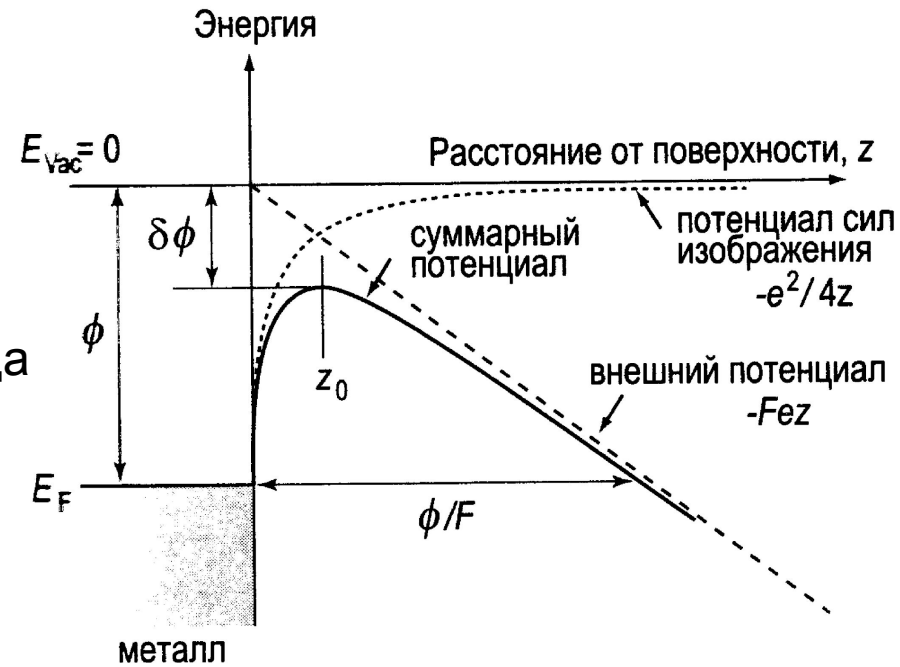
Эффект Шоттки

Эмиссии электронов из металла препятствует потенциальный барьер, образованный из электрических сил изображения.
Снижение этого барьера по мере увеличения прилагаемого внешнего электрического поля называется **эффектом Шоттки**.

$$W_P(x) = \frac{q^2}{16\pi\epsilon_0 x} + qEx$$

$$\varphi_{Weff} = \varphi_W - e\sqrt{\frac{eE}{4\pi\varepsilon_0}}$$

E – напряженность поля вблизи катода



При E = 10^5 В/см, Δφ = 0,12 В,
При E = 10^7 В/см, Δφ = 1,2 В

$$j_c = AT_c^2 \exp\left(-\frac{\varphi_W}{kT_c}\right)$$

φ_W – работа выхода материала катода (2- 6 эВ)
При T=273 °K kT = 0,025 эВ

Сравнение характеристик различных типов источников электронов

Яркость электронной пушки

$$\beta = \frac{\Delta I_c}{\Delta S \Delta \Omega} = \frac{j_c}{\pi \alpha^2}$$

$$E_p = kT$$

Характеристика	Термоэлектронная эмиссия			Полевая эмиссия	
				Термополевые пушки	Пушки с холодной полевой эмиссией W (310)
	W	LaB_6	ZrO/W(100)	W (100)	
Яркость (А/см² стер)	~5 x 10^5	~5 x 10^6	~5 x 10^6	~5 x 10^8	~5 x 10^8
Размер источника	50 мкм	10 мкм	0,1–1,0 мкм	10–100 нм	10–100 нм
Разброс электронов по энергии (эВ)	2,3	1,5	0,6-0,8	0,6 0,8	0,3–0,5
Условия работы давление (Па)	10^{-3}	10^{-5}	10^{-7}	10^{-7}	10^{-8}
температура (К)	2800	1800	1800	1600	300
Эмиссия ток эмиссии (мкА)	~ 100	~ 20	~100	20-100	20-100
стабильность в течение короткого времени	1%	1%	1%	7%	5%
стабильность в течение длительного времени	1 %/ч	3 %/ч	1 %/ч	6 %/ч	5 %/15 мин
эффективность сбора тока эмиссии	100%	100%	10%	10%	1%
Техническое обслуживание	Не требуется	Не требуется	Требуется некоторое время для настройки	Несколько раз требуется наращивание нового острия	Каждые несколько часов требуется очистка острия катода путем вспышки
Стоимость/ простота в обращении	Низкая/ простая	Низкая/ простая	Высокая / простая	Высокая/ простая	Высокая/ сложная в обращении

Сравнение параметров

Тип катода	Яркость, А/ср*см^2	Размер виртуального источника	Температура, К	Разброс энергии электронов, эВ	Ток пучка, нА	Вакуум, торр	Время работы, час
Вольфрам	10^5	25 мкм	2700	2 – 3	до 1000	10^{-5}	100
LaB_6	5×10^6	10 мкм	1700	2 – 3	до 1000	10^{-6}	500
Термоавто-эмиссионный (катод Шотки)	10^8	20 нм	1700	0,9	до 200	10^{-8}	>1500
Холодный автоэмиссионный	10^9	5 нм	300	0,22	до 2	10^{-10}	>1500

Источник электронов – термоэлектронный катод

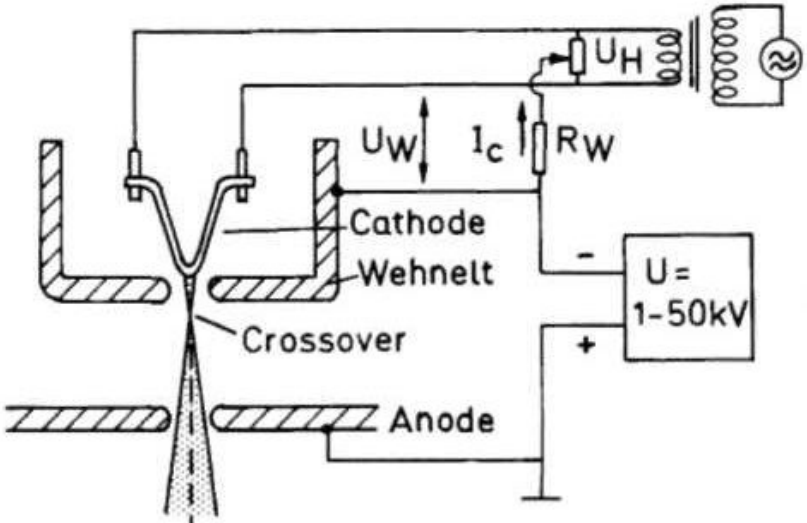
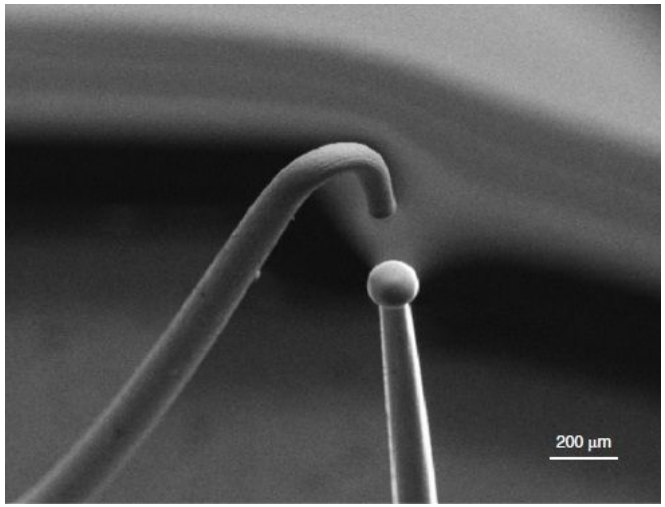
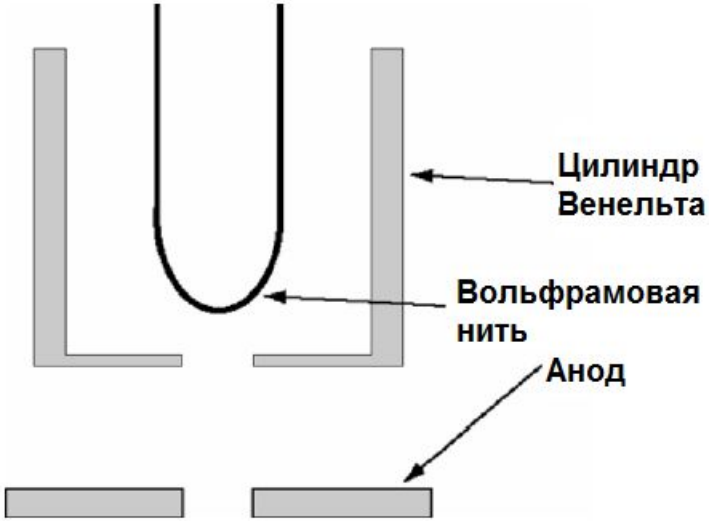
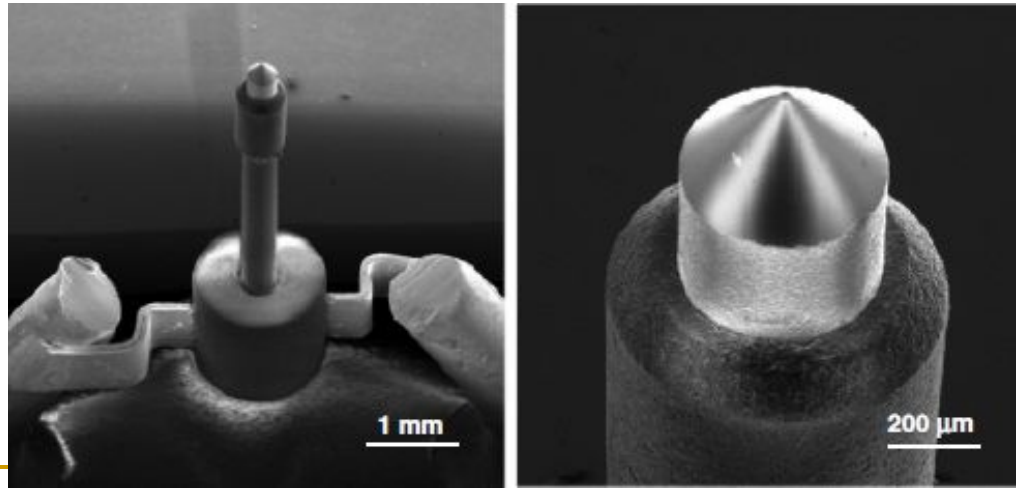


Схема электронной пушки



Перегоревший вольфрамовый катод (время жизни ~ 100 часов)





Катод LaB_6 (время жизни ~ 500 часов)

Источник электронов – автоэлектронный катод

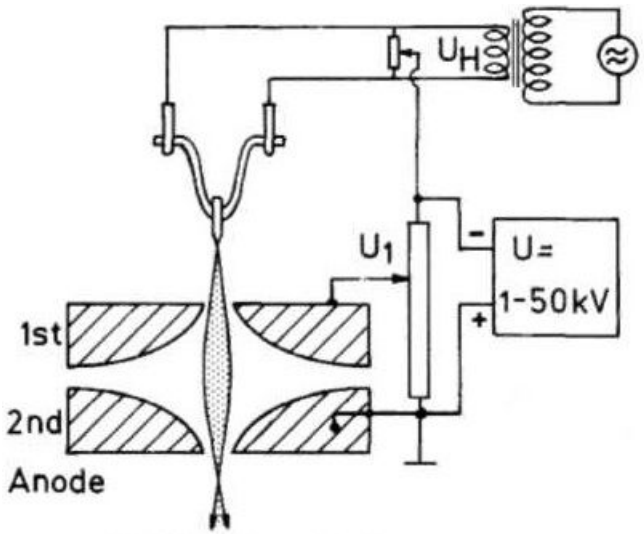
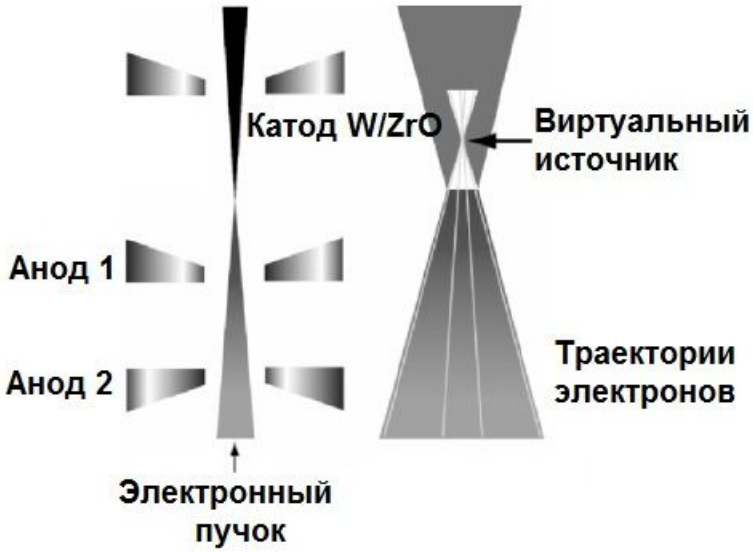
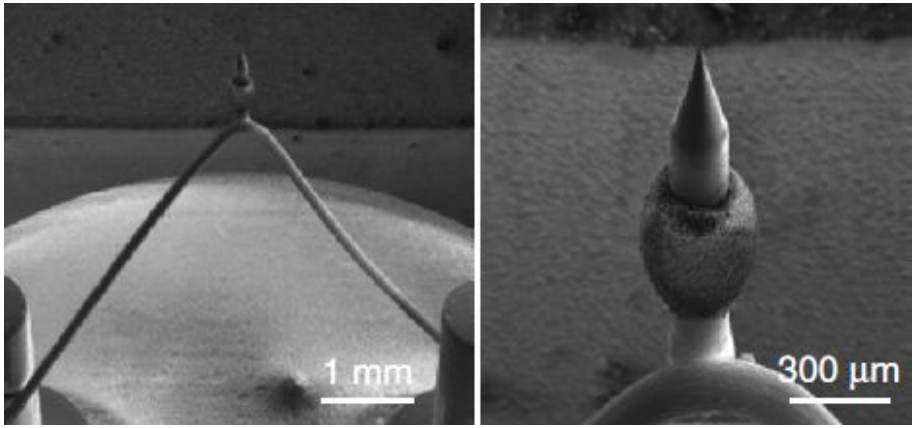


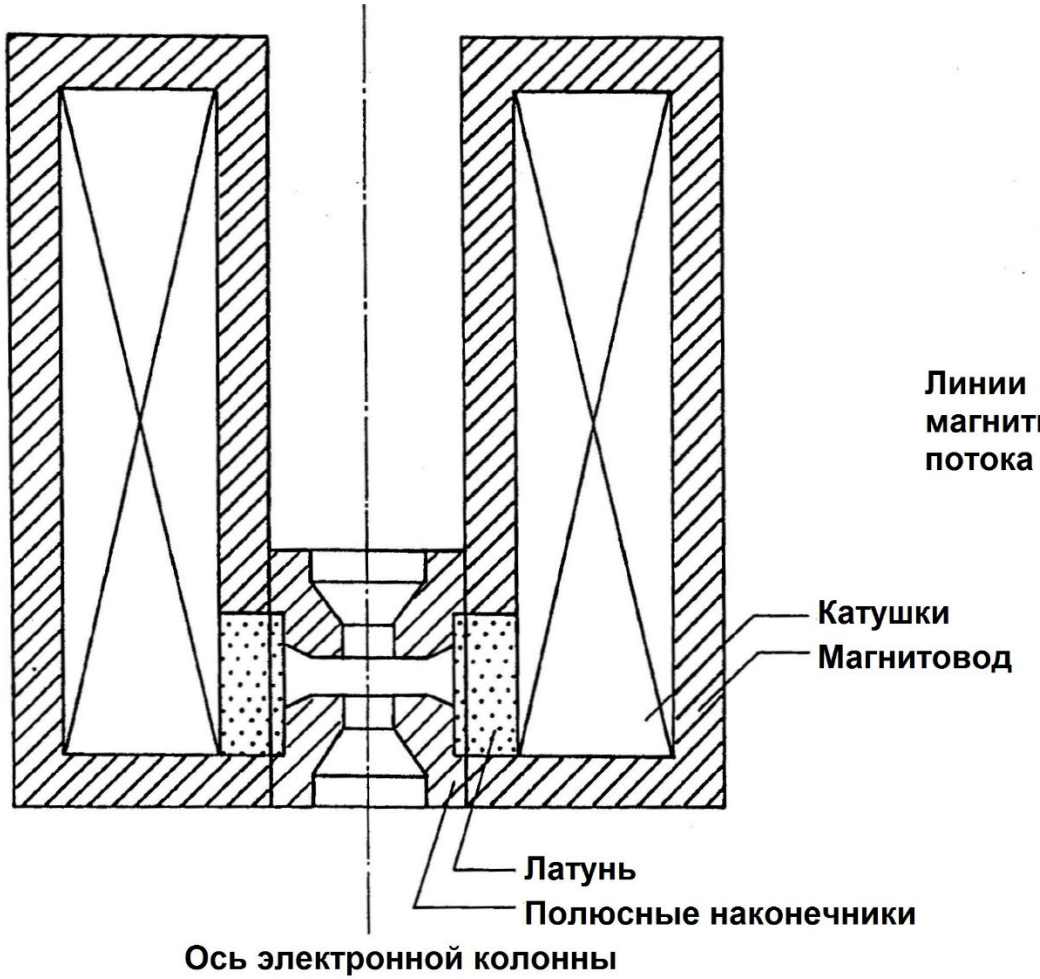
Схема электронной пушки

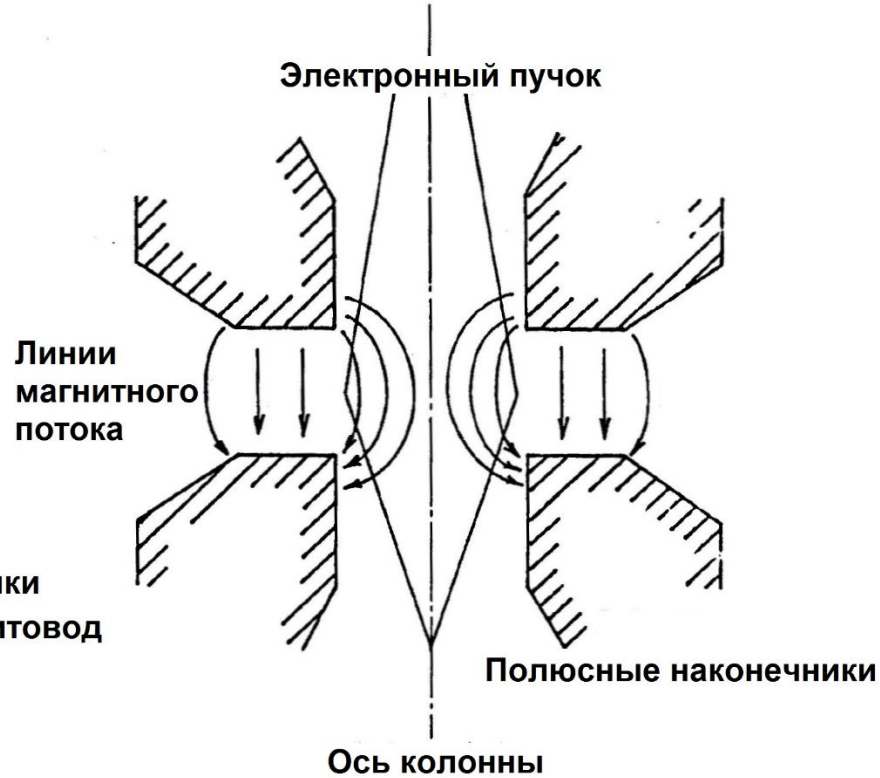




Автоэмиссионный катод W (310)
(время жизни > 1500 часов)

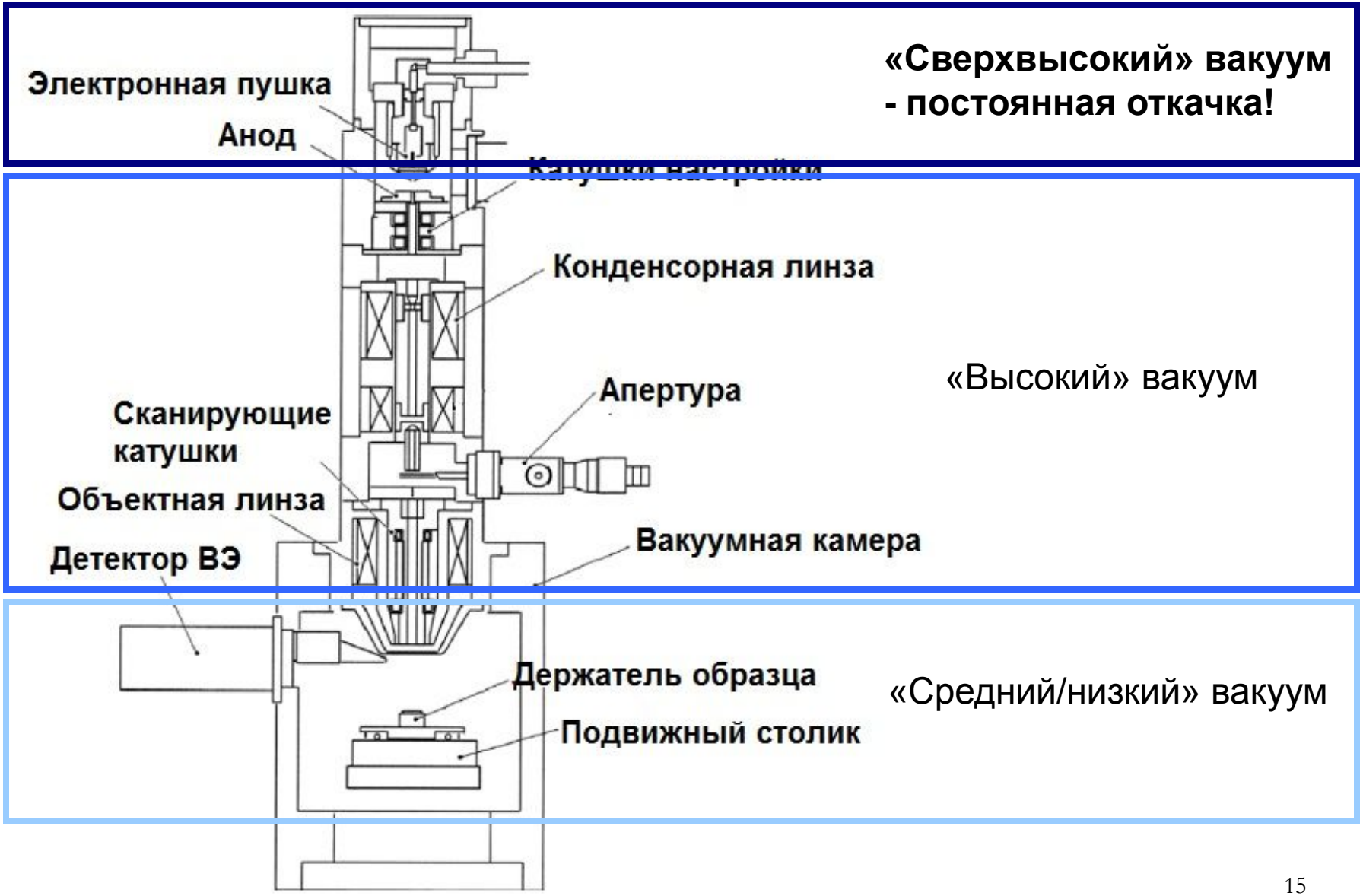
Электромагнитные линзы





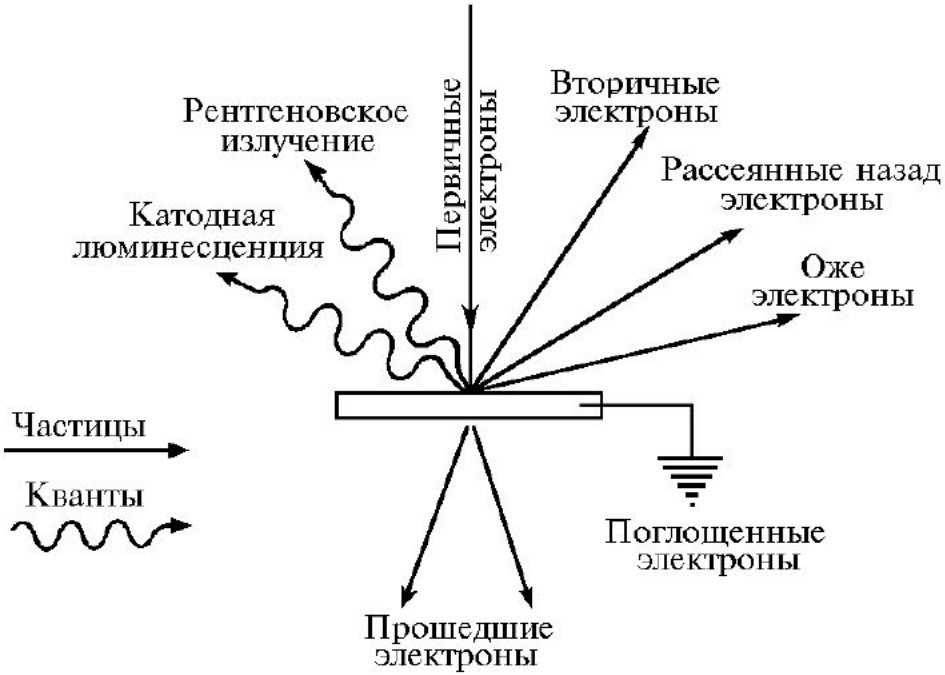
Вакуумная система

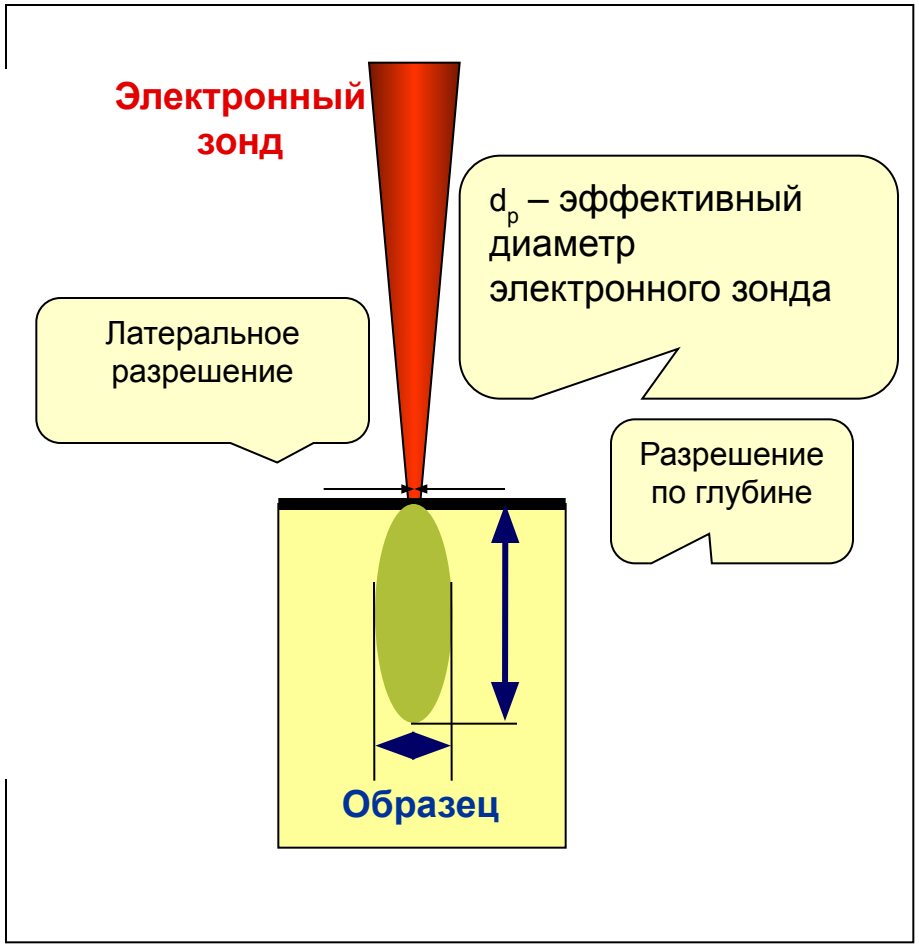
Дифференцированная откачка



Взаимодействие электронного зонда с образцом. Информативность получаемых сигналов.

Взаимодействие электронного зонда с образцом

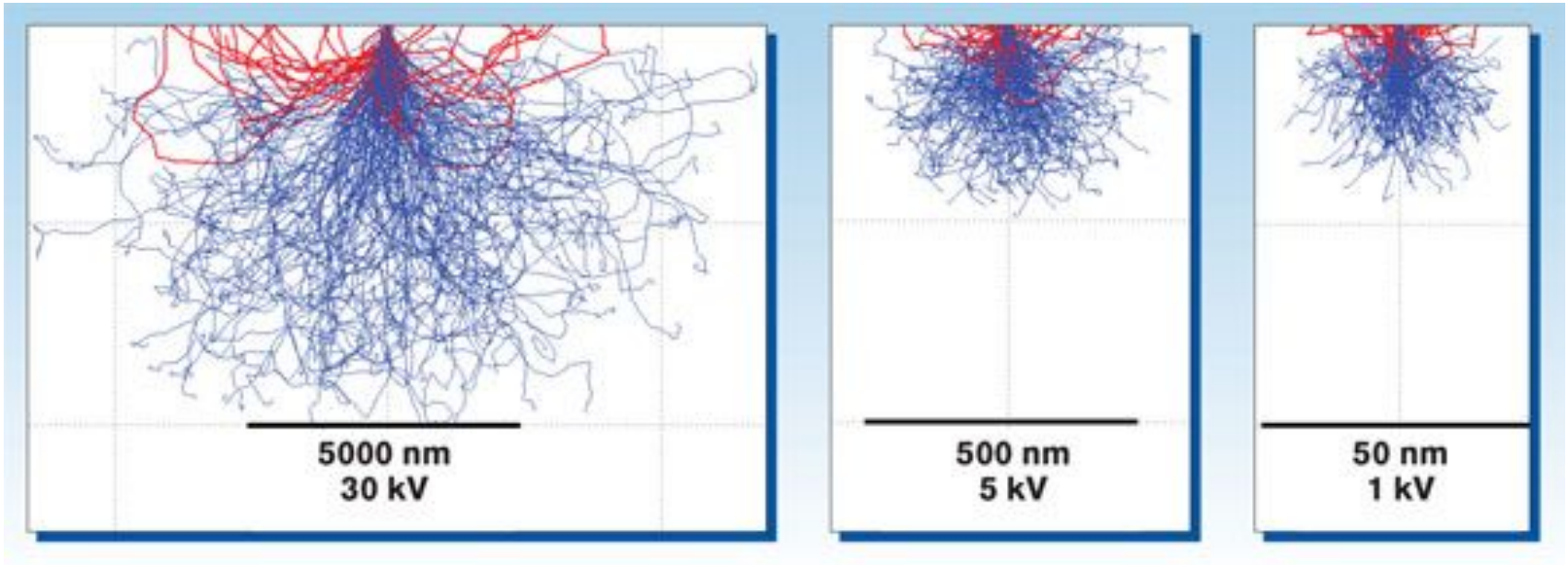




$$E_p = kT$$

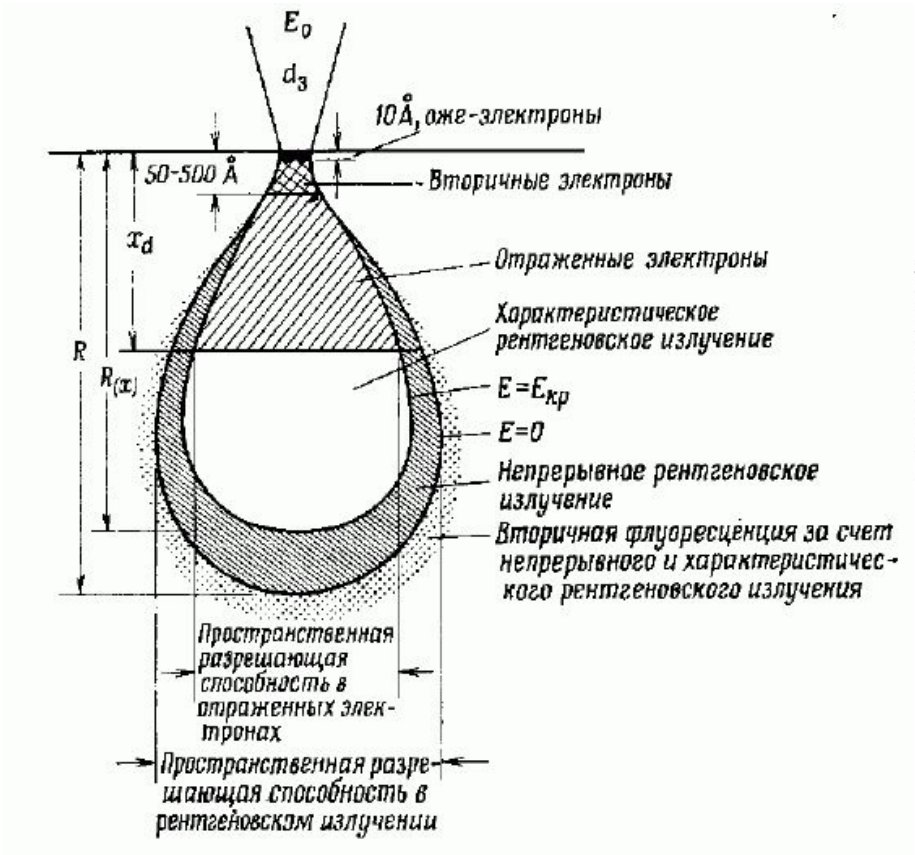
Пространственное разрешение РЭМ определяется размером области, из которой регистрируется информативный сигнал!

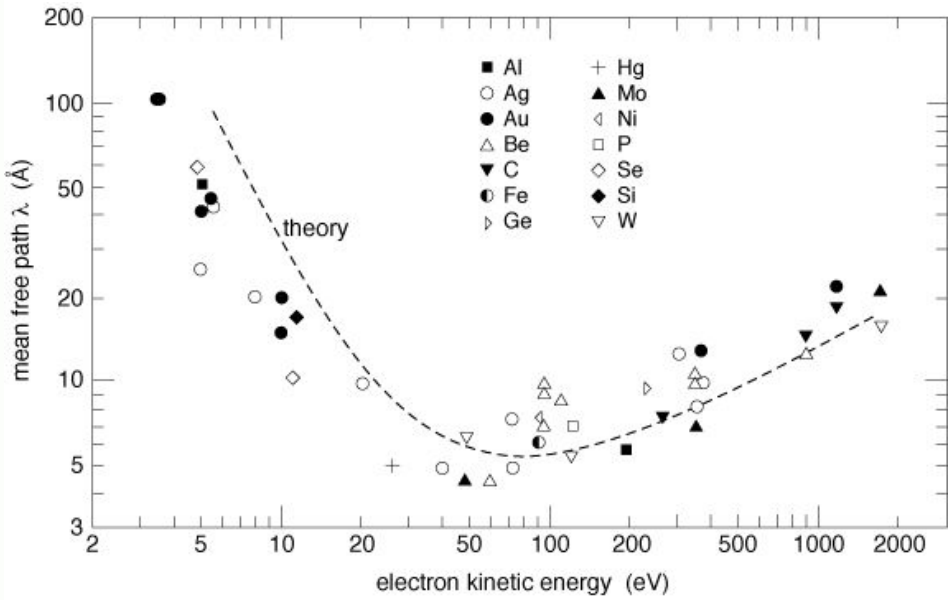
Область взаимодействия электронного зонда с образцом



Рассеяние сфокусированного электронного пучка различной энергии в кремнии. Синие траектории – первичные электроны, красные – обратно рассеянные электроны.
(Моделирование методом Монте-Карло, программа *CASINO).*

Взаимодействие электронного зонда с образцом

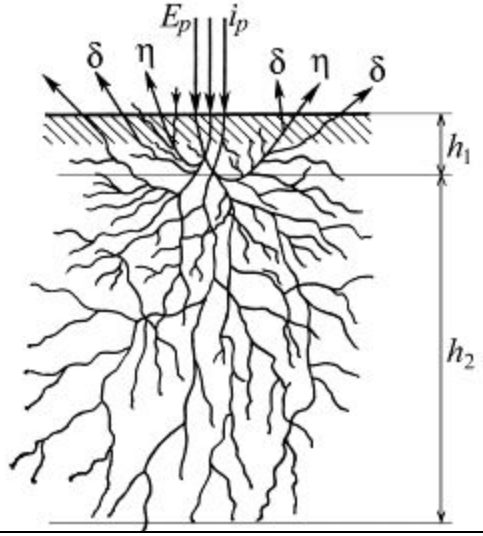


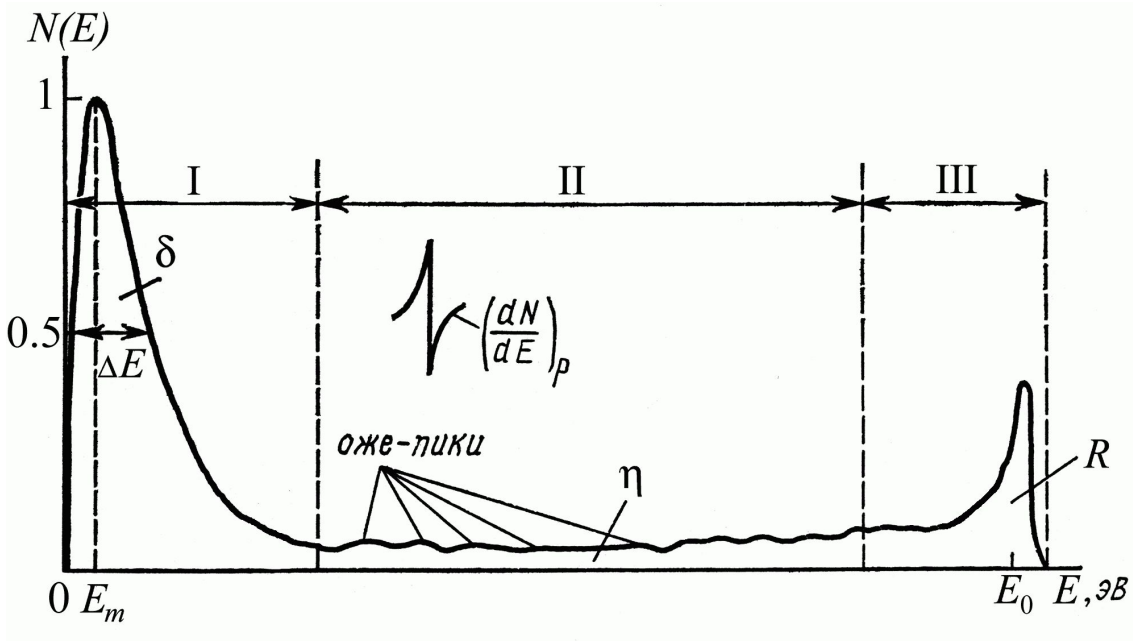


$$E_p = kT$$

Пространственное разрешение РЭМ определяется размером области, из которой регистрируется информативный сигнал!

Вторичные электроны и обратно-рассеянные электроны





$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_0}$$ коэффициент ВЭ

$$I_{SE} = I_0 \int_0^{50eV} f(E,\Omega)\,dE\,d\Omega$$

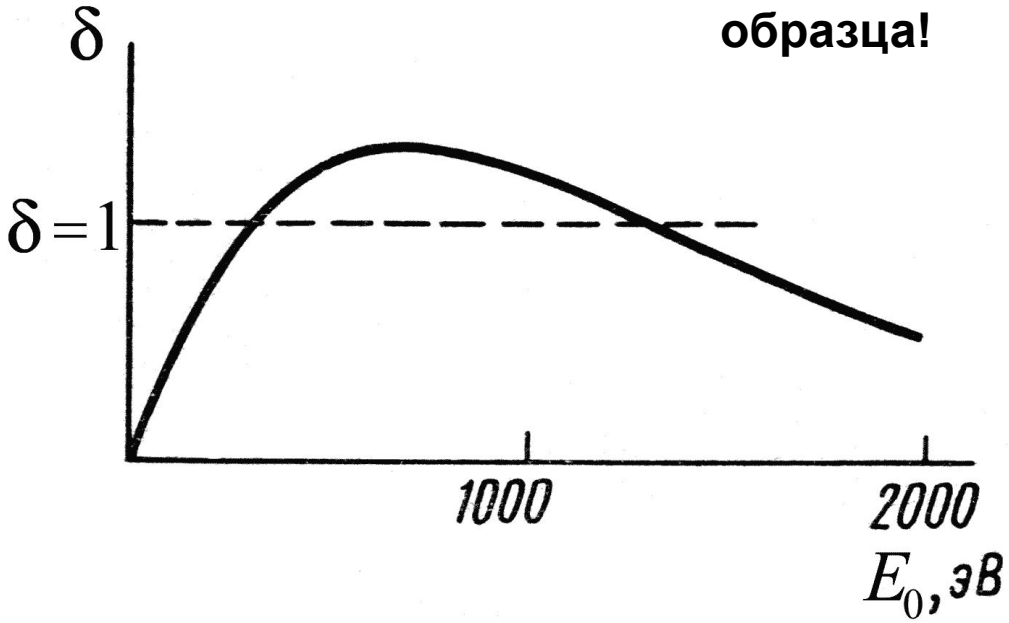
$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_0}$$ коэффициент ОРЭ

$$I_{BSE} = I_0 \int_{E_{th}}^{E_0} f(E,\Omega)\,dE\,d\Omega$$

I_{SE} – ток ВЭ, I_{BSE} – ток ОРЭ, E_0 – ток зонда,
E_0 – энергия электронов зонда,
E_{th} – пороговая энергия детектора ОРЭ,
$f(E,\Omega)$ – функция распределения вышедших электронов

Зависимость вторичной электронной эмиссии от энергии первичного пучка

δ > 1 – нет локальной зарядки образца!



	5 кэВ	20 кэВ	50 кэВ
Алюминий	0,40	0,10	0,05
Золото	0,70	0,20	0,10

Энергия и глубина выхода ВЭ

Диапазон энергий ВЭ:	**0 – 50 эВ**
Наиболее вероятная энергия ВЭ:	**1,5 – 3,5 эВ**
Средняя энергия ВЭ:	**5 – 12 эВ**
Диапазон значений δ:	**0,2 – 5 (10)**

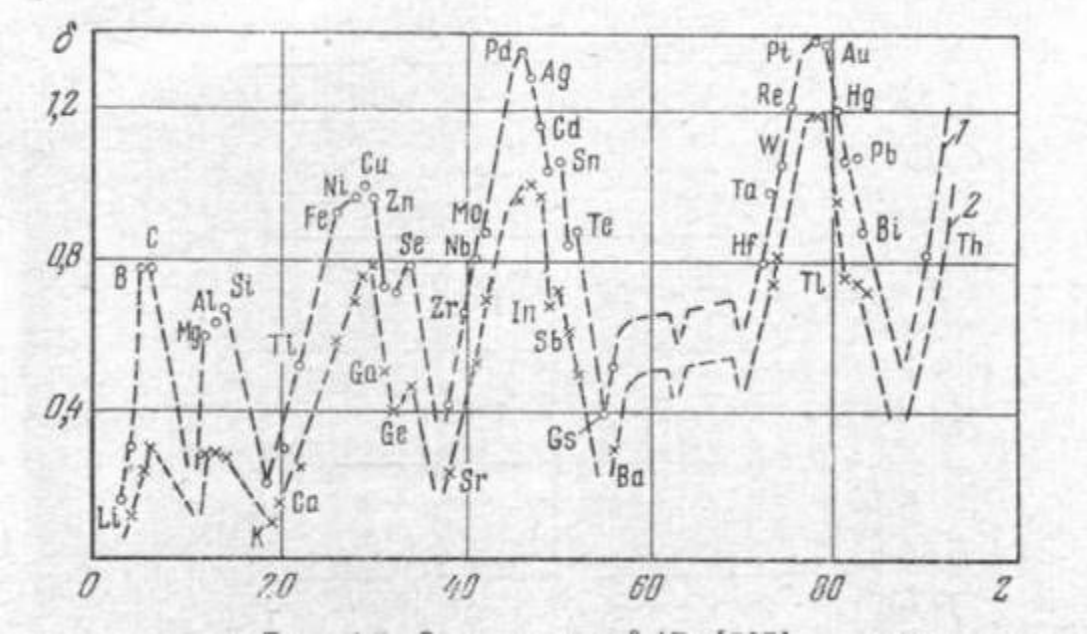
Вероятность выхода ВЭ с глубины *t*

$$p(t) = p(0)\exp\left(-\frac{t}{t_{SE}}\right)$$

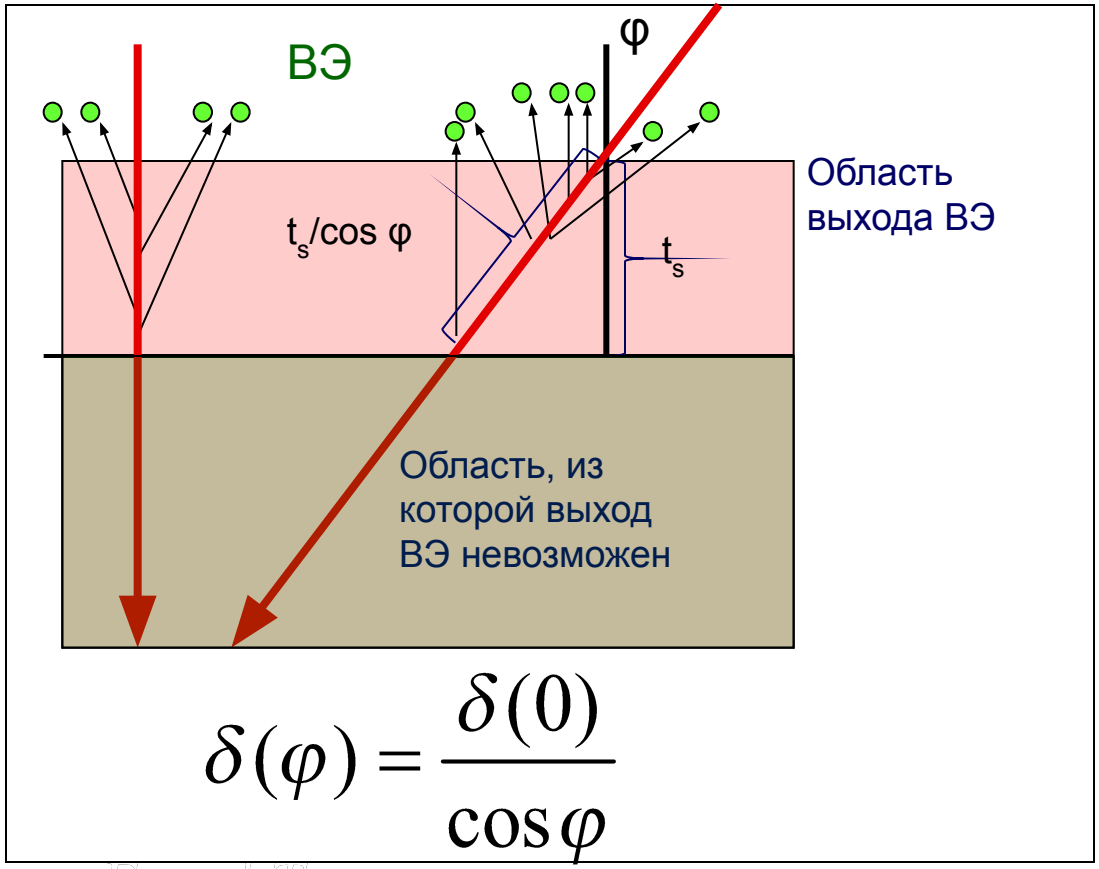
t_{SE} – глубина выхода ВЭ
металлы 0,5 – 1,5 нм, уголь - 10 нм, диэлектрики – до 20 нм

Зависимость δ от атомного номера Z

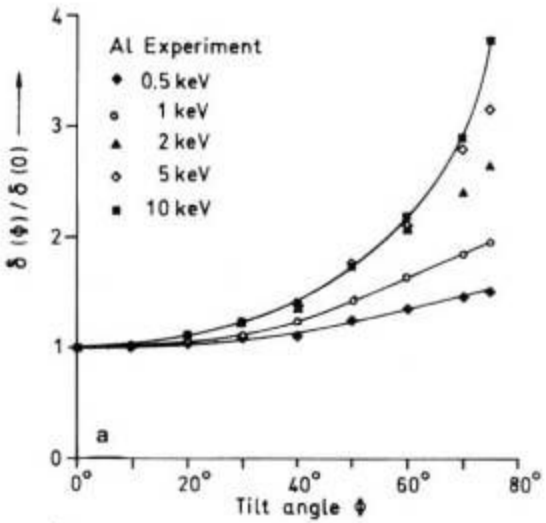
$$E_p = kT$$

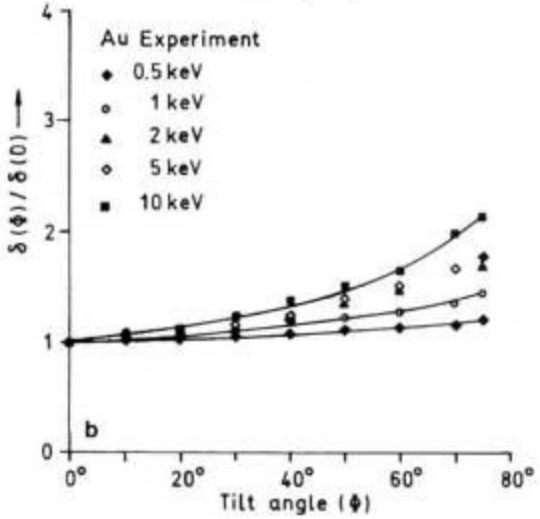


Зависимость δ от угла падения электронного зонда



$$\delta(\varphi) = \frac{\delta(0)}{\cos\varphi}$$

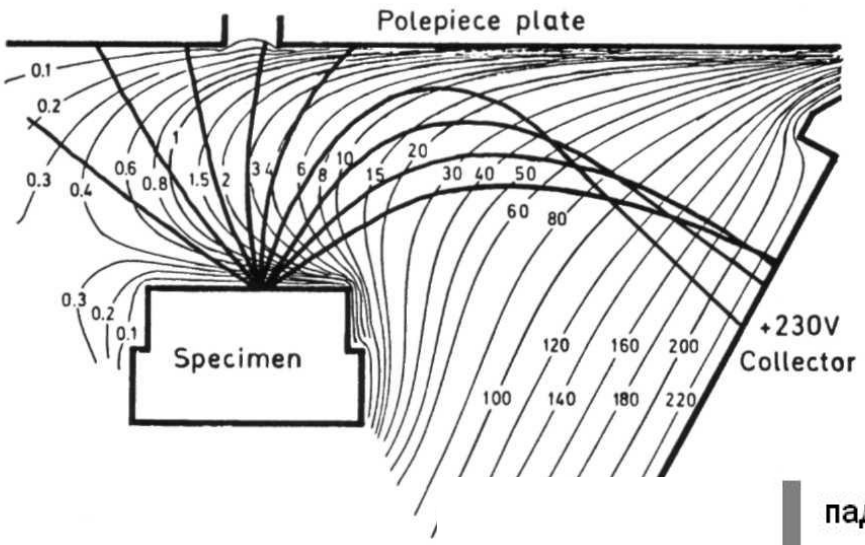




$E_p = kT$

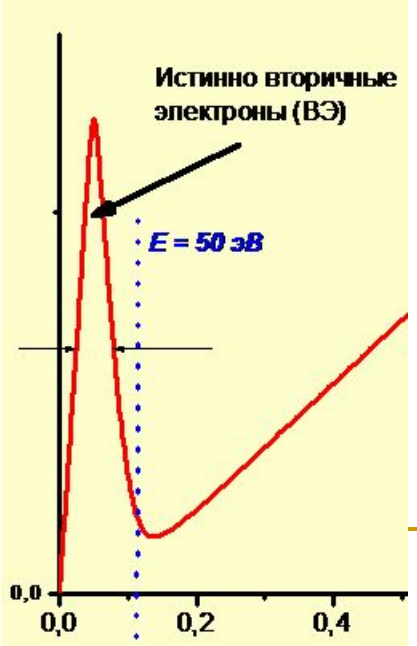
Зависимость интегрального коэффициента ВЭ δ от угла падения электронного зонда для Alи Au при различных энергиях зонда

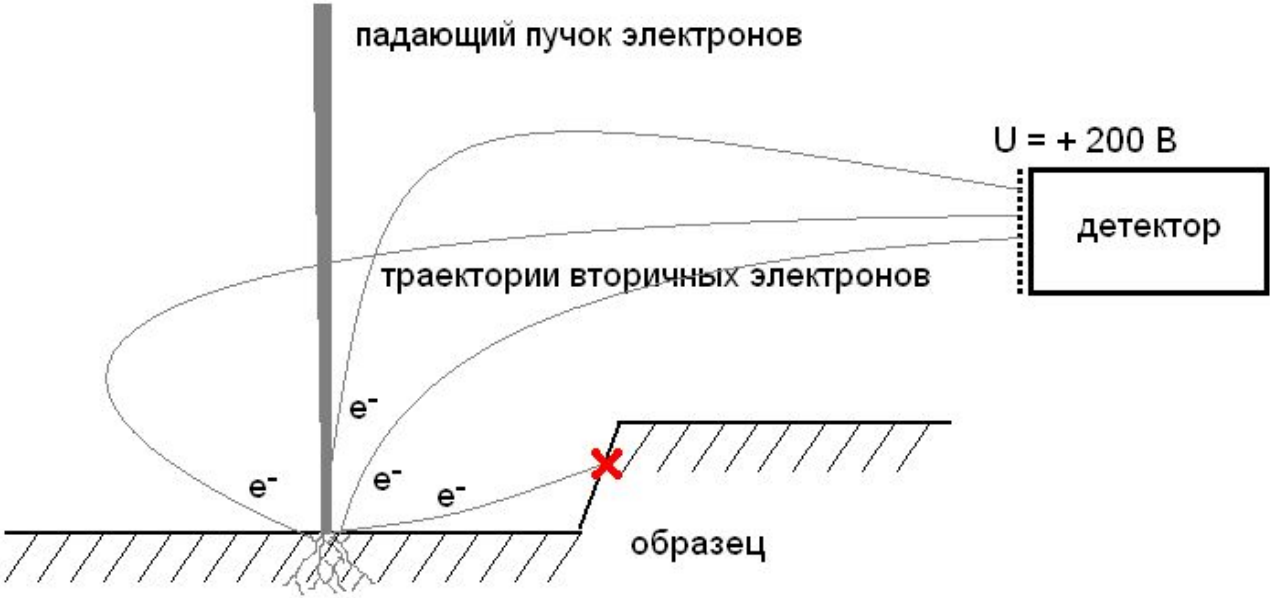
Детектор истинно-вторичных электронов



Детектор Эверхарта-Торнли

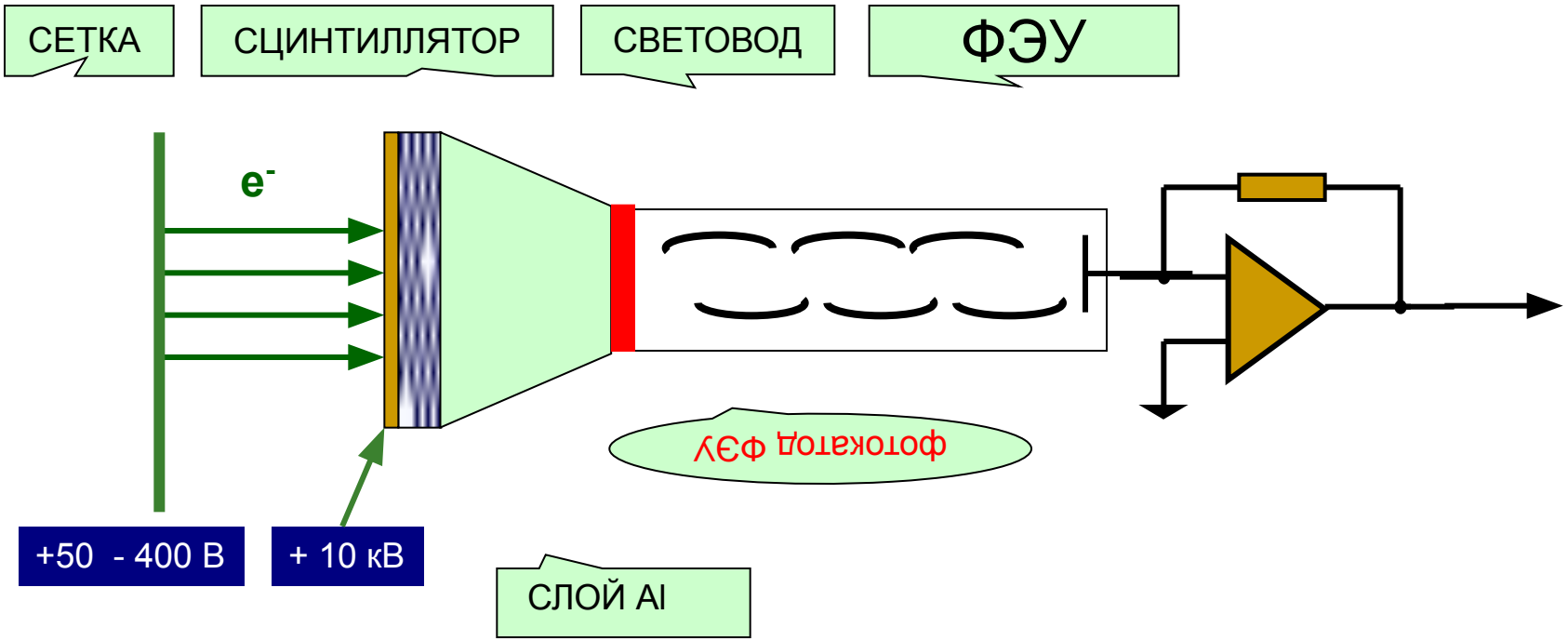
Сетка, на которую подан положительный потенциал эффективно собирает медленные вторичные электроны





Детектор истинно-вторичных электронов

Сцинтиллятор – фотоэлектронный умножитель

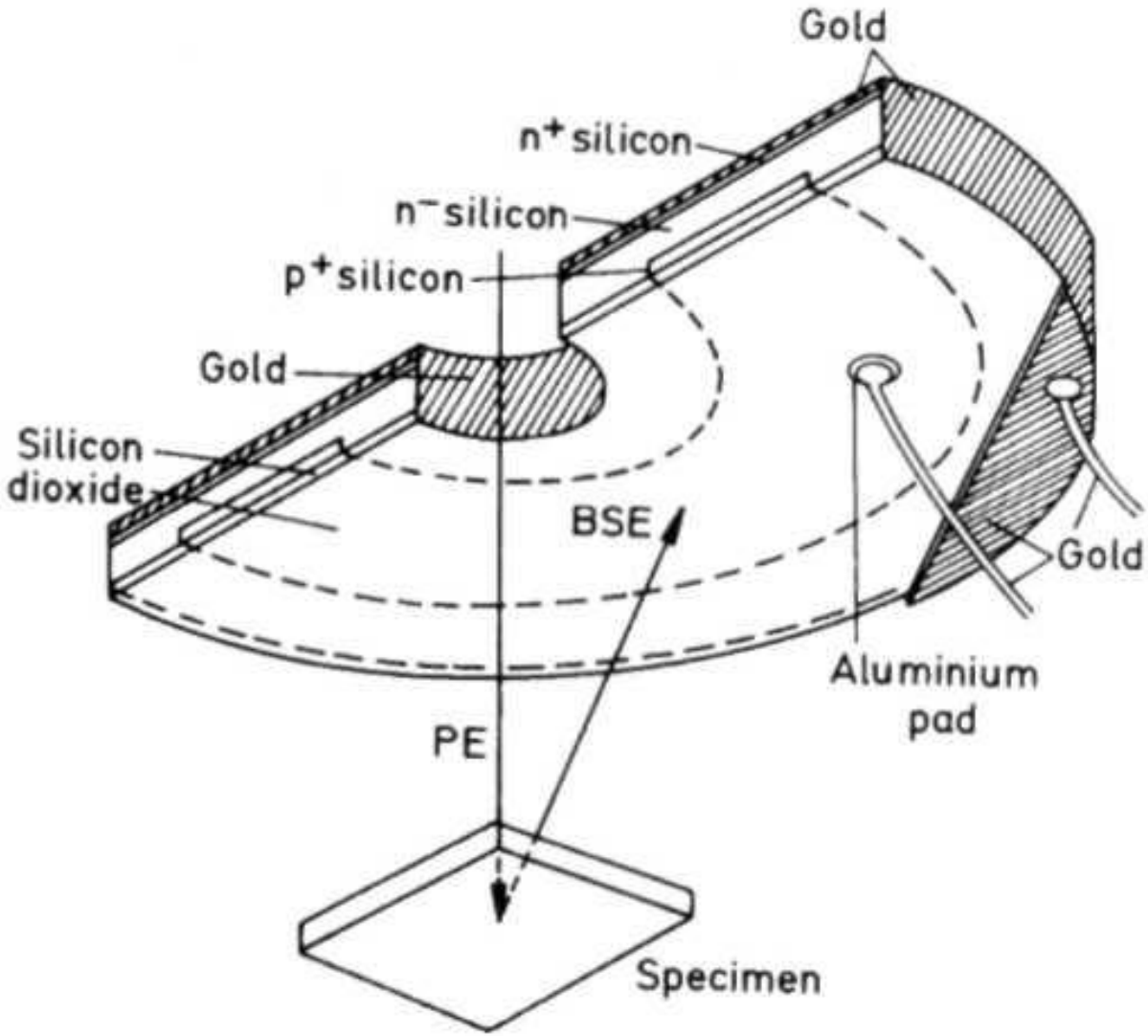


$K_1 \approx 10^2 - 10^3$

$K_2 \approx 10^5 - 10^6$

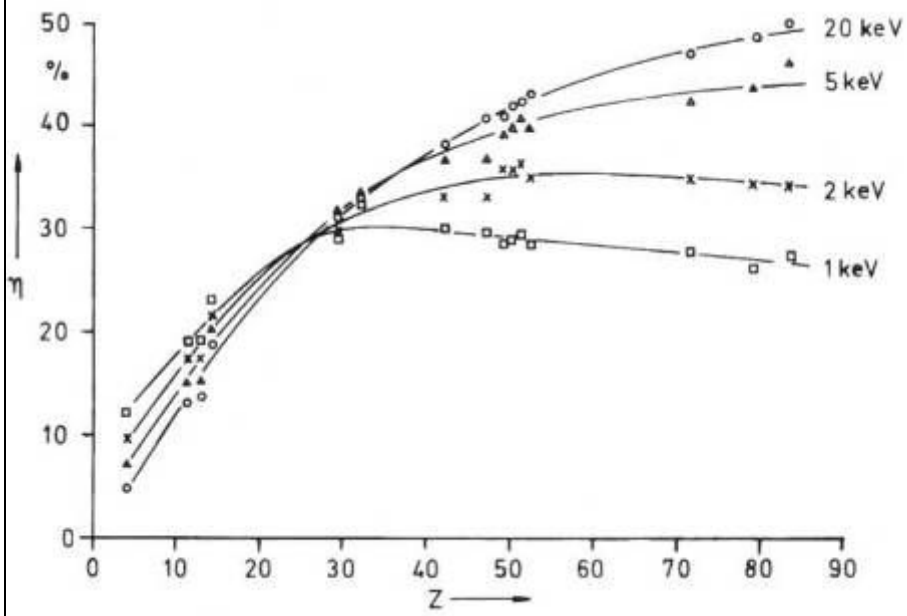
Возможна регистрация единичных электронов!

Детектор обратно-рассеянных электронов



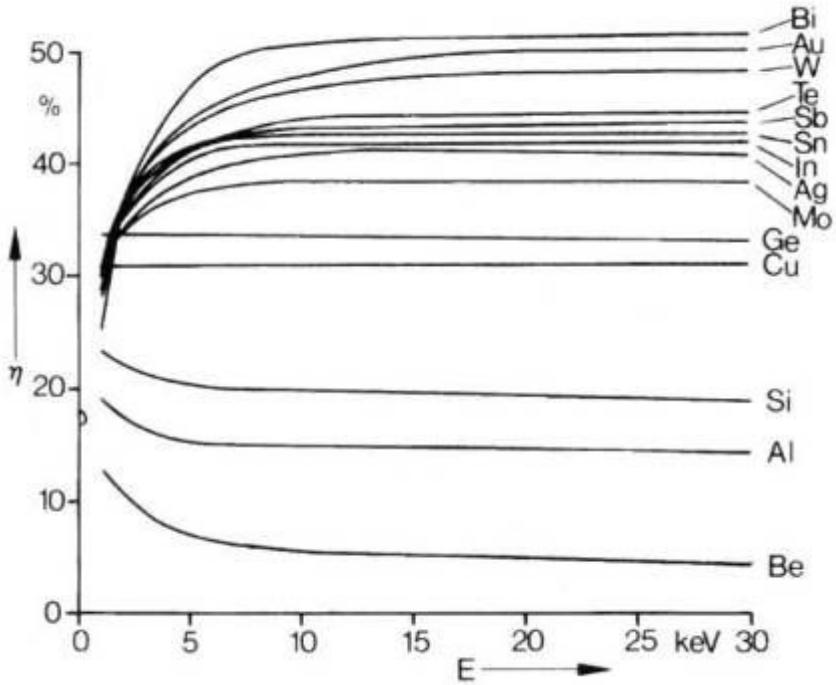
$E_p =$

Зависимость выхода ОРЭ от атомного номера

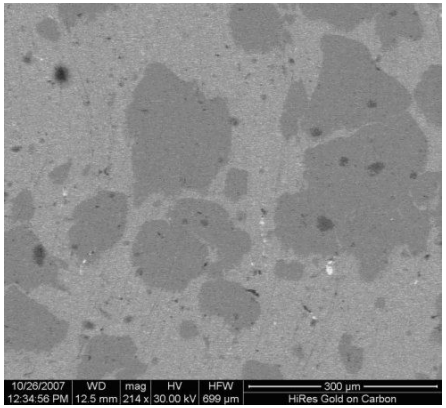


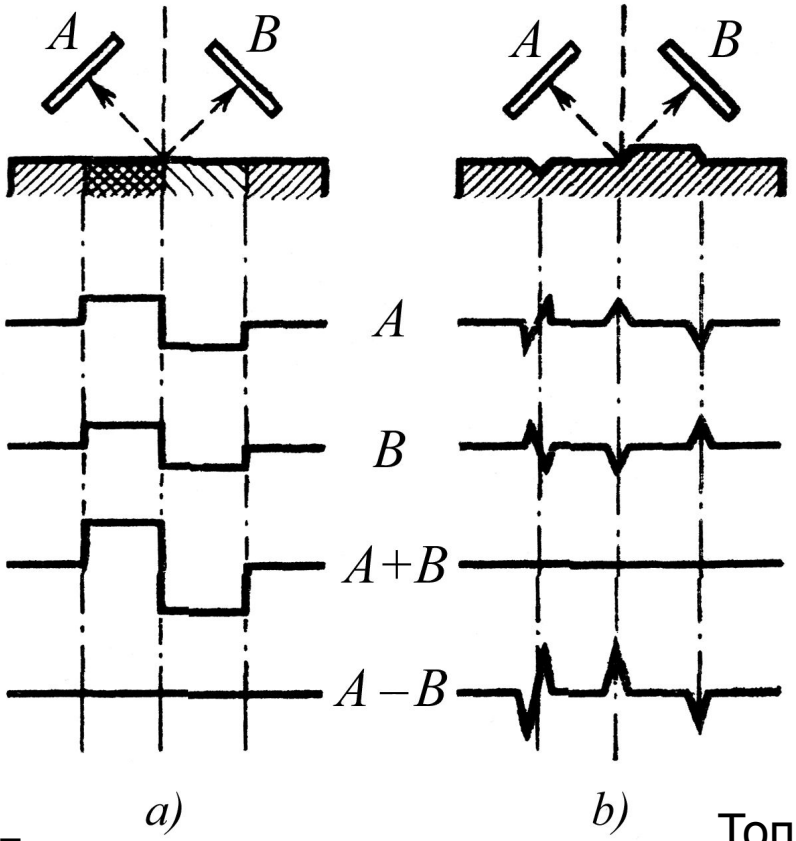
Зависимость интегрального коэффициента ОРЭ η от атомного номера Z для различных энергий электронного зонда

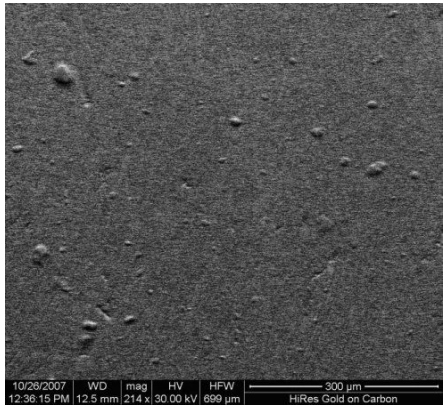
Зависимость интегрального коэффициента ОРЭ η от атомного номера Z для различных энергий электронного зонда



Режим материального контраста и режим топографии







Материальный контраст
Z-контраст

Топографический контраст
Рельеф

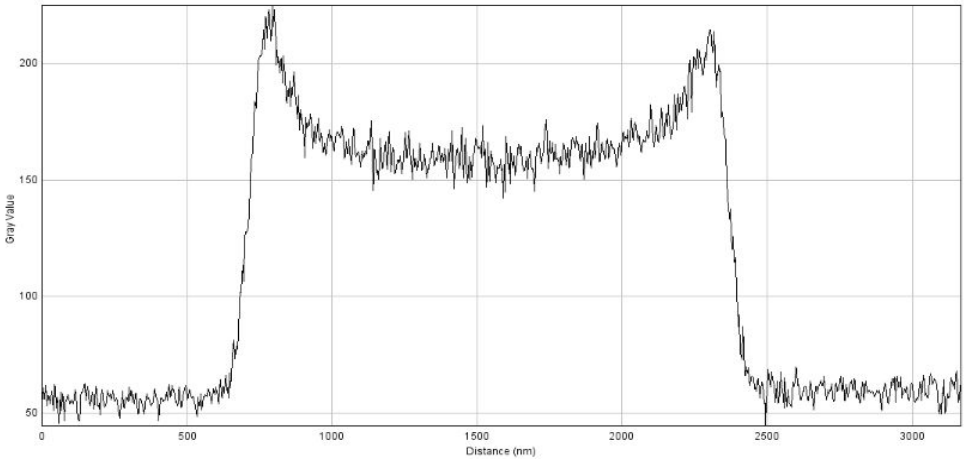
Соотношение сигнал шум

$$S/N = \frac{n}{\sqrt{n}} = \sqrt{n}$$

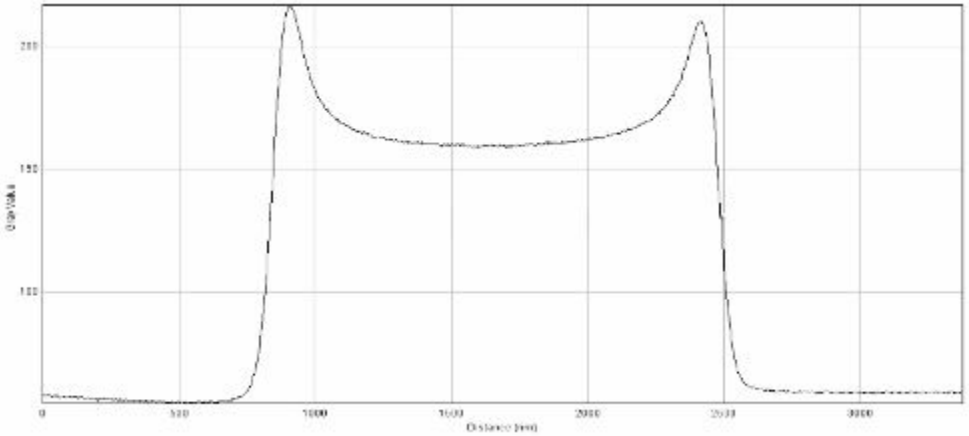
n – число первичных электронов

$$n = n(j, d, t)$$

Число первичных электронов зависит от параметров:
j – плотность тока,
d – диаметр зонда,
t – время накопления сигнала



t ~ 200 мкс -> 0,2 секунды на строку в 1000 точек



t ~ 2 мс -> 2 секунды на строку в 1000 точек

Ограничение скорости сканирования

- Максимальная скорость
  - плохое соотношение сигнал-шум
  - быстродействие электроники

- Минимальная скорость
  - термодрейф образца
  - зарядка образца (плохопровоящих и не проводящих обрацов)
  - разрушение образца (локальный нагрев)

Факторы, определяющие контраст изображения

В режиме ВЭ

1) Микрорельеф поверхности
2) Значение коэффициента ВЭ
3) Наличие электрических полей на поверхности (заряд, потенциал)
4) Наличие магнитных полей на поверхности

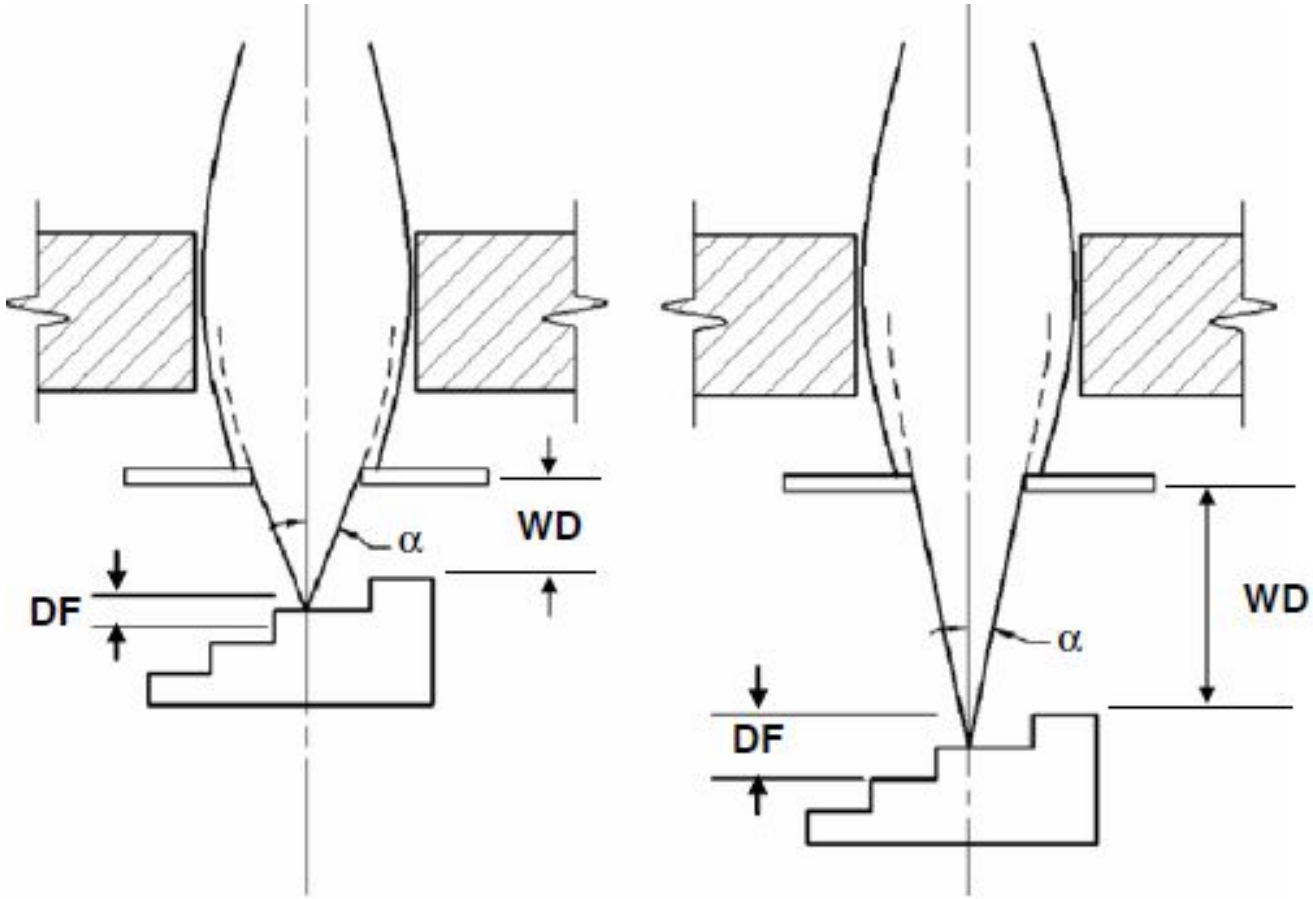
   Предельная разрешающая способность 0,8 – 1 нм (с оговорками) – определяется эффективным диаметром электронного зонда

В режиме ОРЭ

1) Эффективный атомный номер микрообъема образца
2) Микрорельеф поверхности
3) Локальная плотность
4) Кристаллическая структура
5) Электрические и магнитные поля

   Предельная разрешающая способность порядка десятков нм (с оговорками)

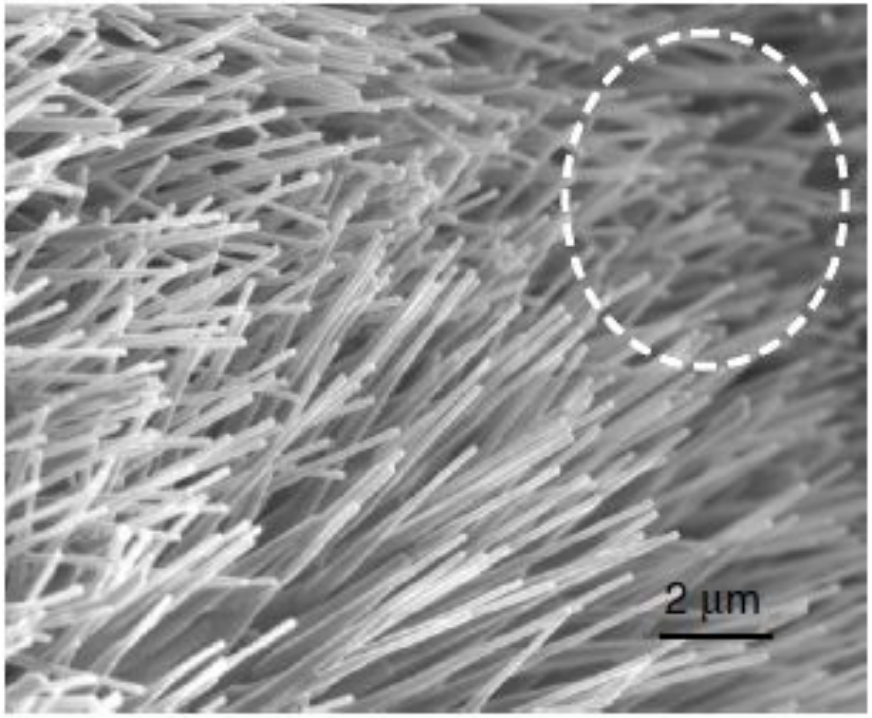
Рабочий отрезок и глубина фокуса



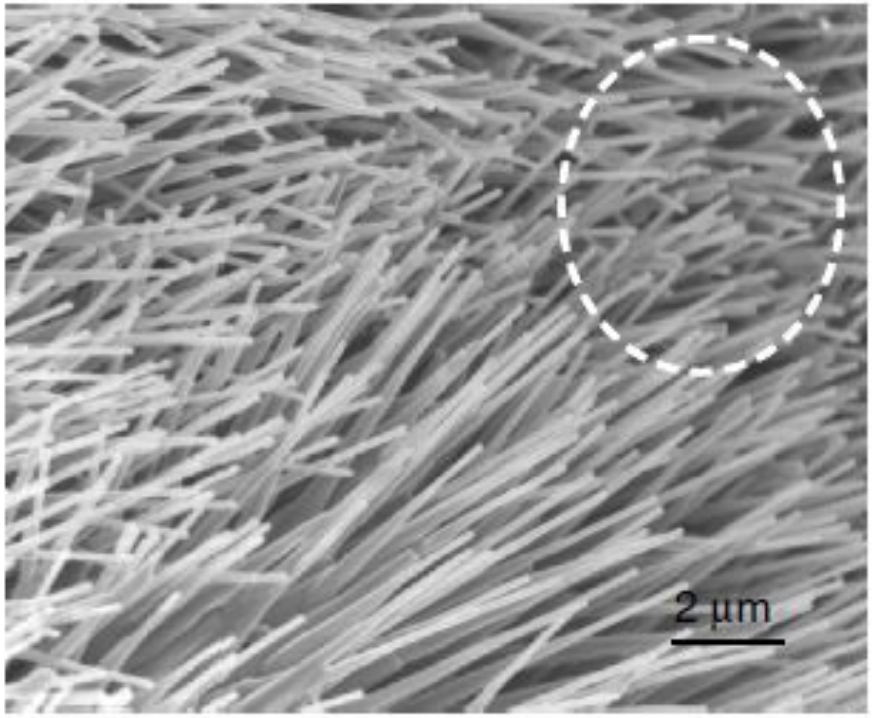
Чем ближе к объектной линзе -тем выше разрешение
(с оговорками)

Чем дальше от объектной линзы и чем меньше увеличение - тем больше глубина фокуса

Рабочий отрезок и глубина фокуса



WD = 3 мм



WD = 12 мм

Чем дальше от объектной линзы и чем меньше увеличение
- тем больше глубина фокуса

Выбор скорости сканирования

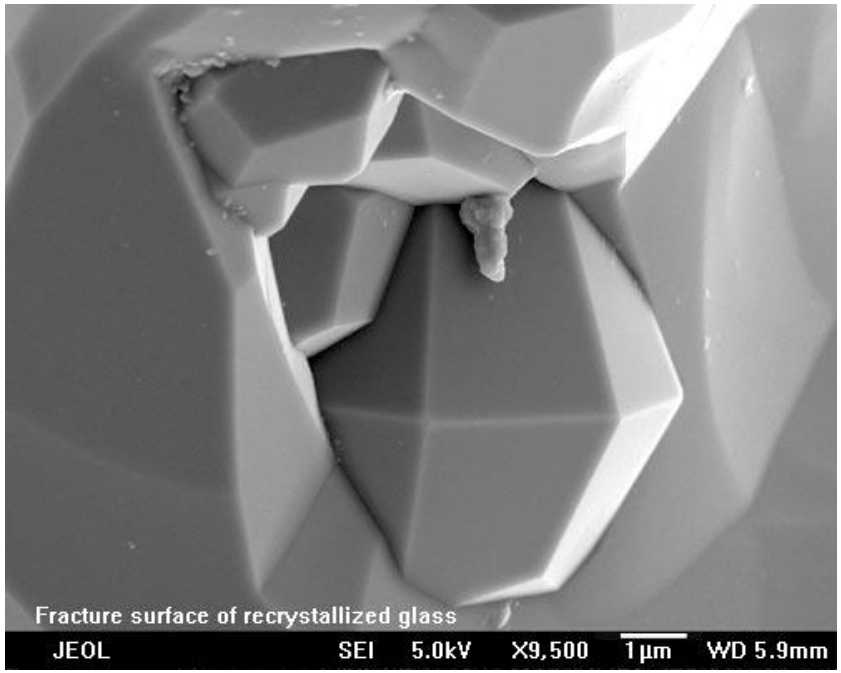
Конкурирующие факторы:

- выше скорость – хуже сигнал/шум,

- ниже скорость – лучше сигнал/шум,
  больше смещение образца (термодрейф, зарядка)

Борьба с зарядкой образца

- Контакт на верхнюю сторону образца
- Низкие ускоряющие напряжения
- Режим низкого вакуума
- Напыление тонкого слоя металла/углерода (5-10 нм)



Режим низкого вакуума

Напуск в камеру паров воды до давления 10-150 Па
Молекулы воды снимают заряд с поверхности.
Разрешение и контраст изображения падают.

Волокна древесины
(высокий и низкий вакуум)

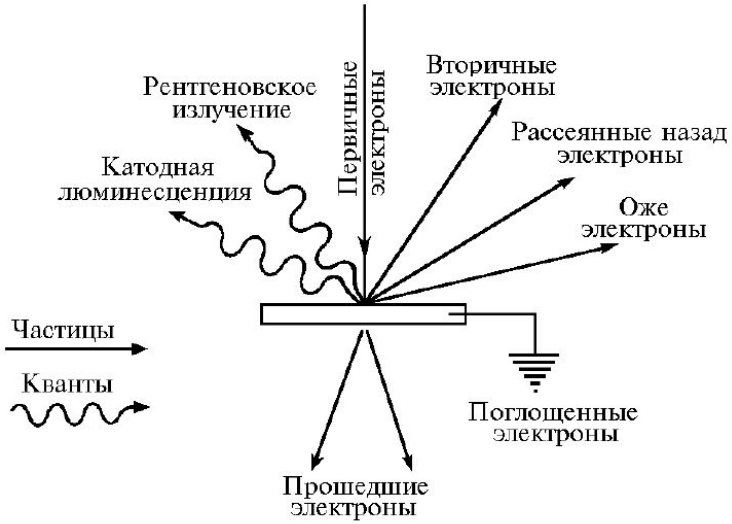
Для исследования непроводящих образцов (диэлектриков, биообъектов)

Московский физико-технический институт

Физические методы исследований, основанные на растровой электронной микроскопии

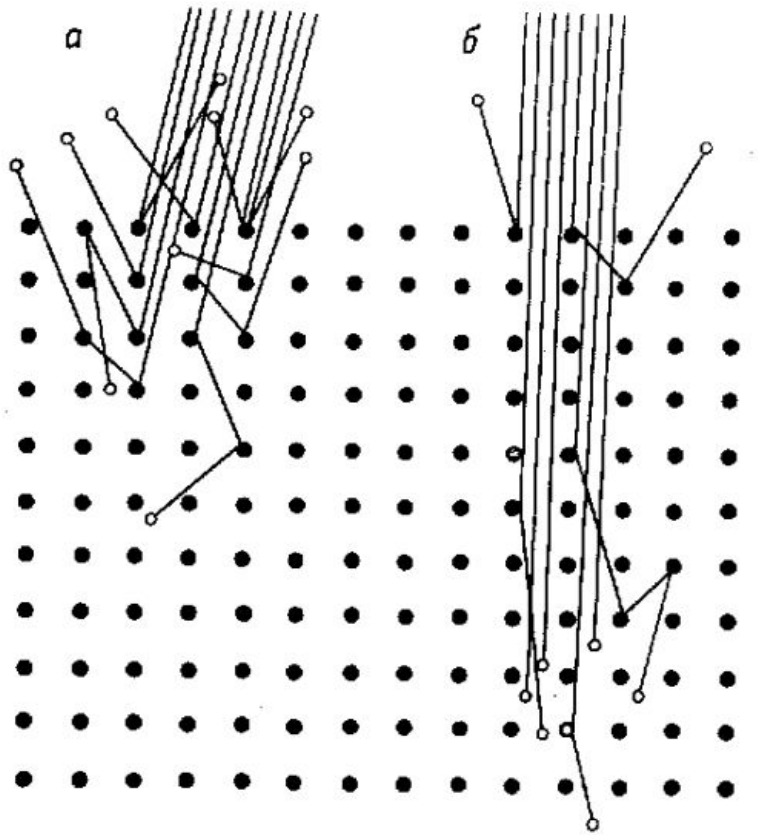
Заблоцкий Алексей Васильевич

Сигналы в РЭМ



Сигналы		Информативность
Электроны	Истинно вторичные	Морфология поверхности
	Обратно рассеянные	Рельеф (качественно) Элементный контраст Кристаллографическая информация
	Оже-электроны	Химические состав (химические связи)
Фотоны	Характеристическое рентгеновское излучение	Элементный состав
	Катодолюминесценция	Структура энергетических уровней Мелкие примеси

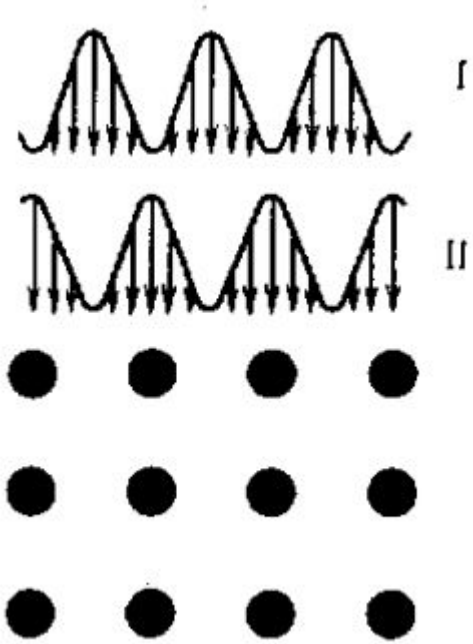
Каналирование электронов (классическая модель)



При угле падения, изображенном на рис. *а,* происходит сильное взаимодействие электронов у поверхности.

При угле падения, изображенном на рис. *б,* электроны проникают в кристалл, проходя между рядами атомов вдоль каналов

Каналирование электронов (Блоховская модель)



$$2d\sin\theta = n\lambda$$

Формула перевода энергии электрона в Дебройлевскую длину волны

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}} = \frac{0,39}{\sqrt{E}}\,\mathring{A}$$

где энергия электронов выражена в *кэВ*

Оже электронная спектроскопия

- **Поверхностная чувствительность метода**
- **Чувствительность к химическому состоянию элементов**
- **Возможность сканирования образца сфокусированным электронным пучком, позволяющая получать карту распределения элементов по поверхности образца**
- **Возможность получения трехмерных карт распределения элементов в поверхностных слоях образца**

Пьер Оже
(1899 — 1993)

$$E_{Оже} = E_0 - \varphi$$

Оже электронная спектроскопия
Энергоанализаторы

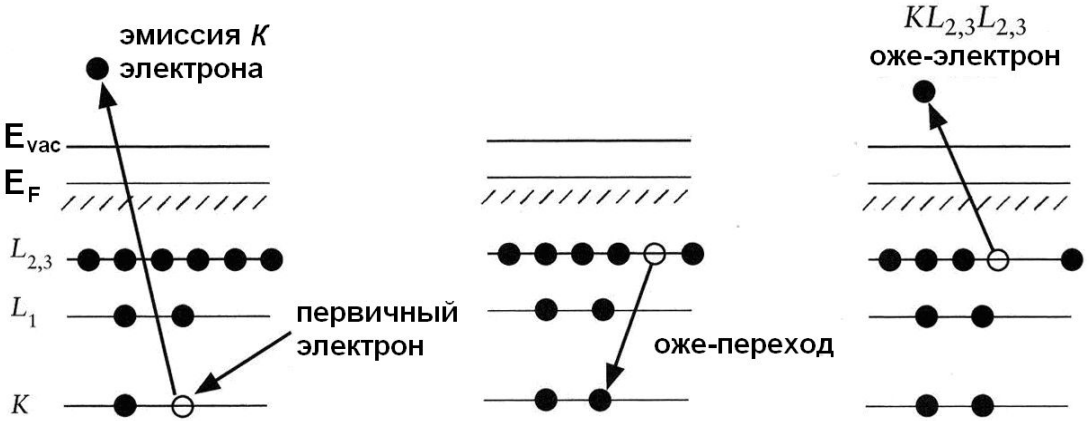
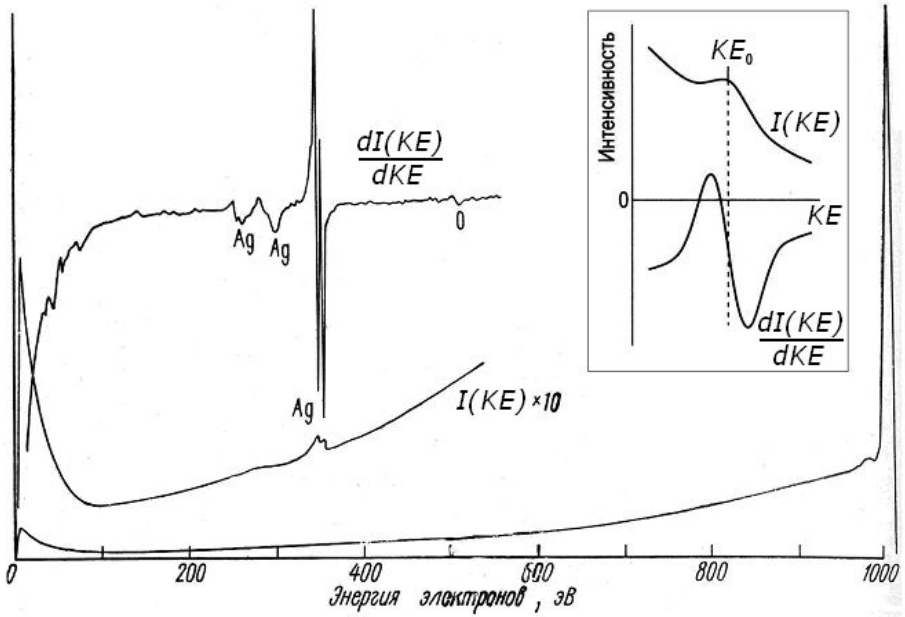
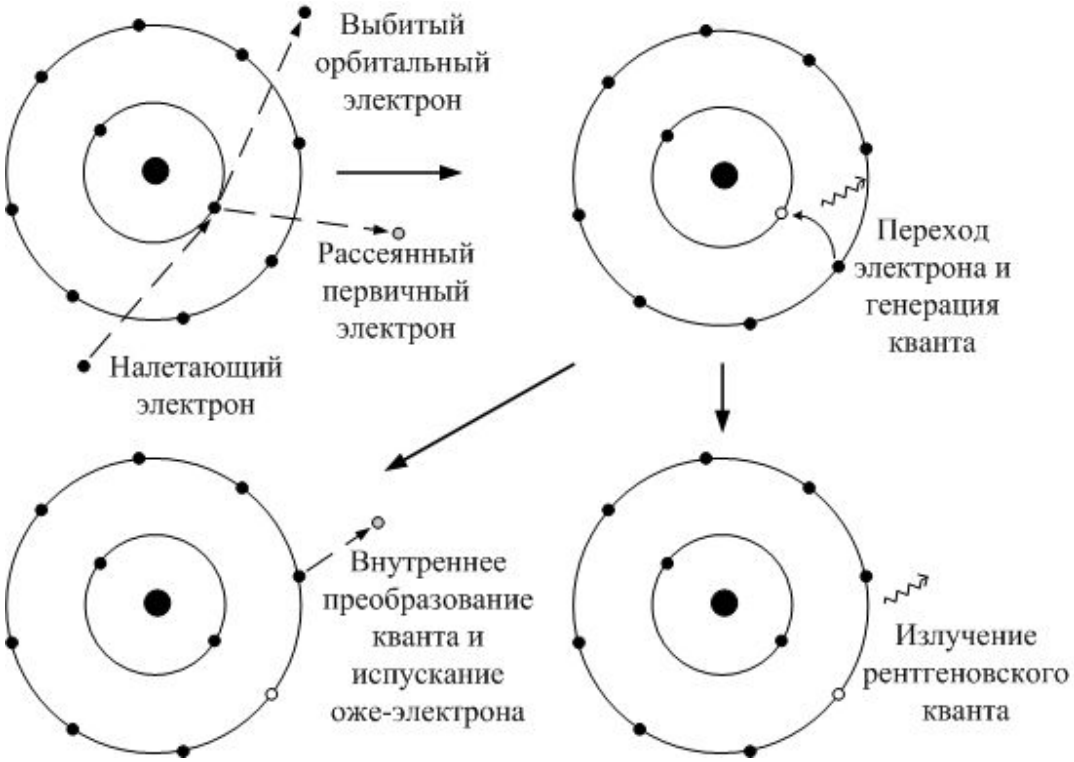


Схема оже-перехода



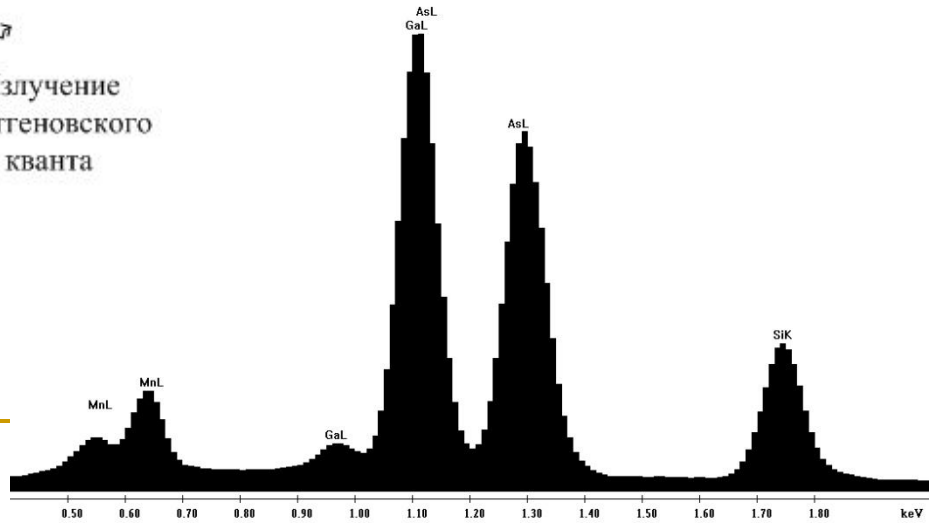
Обзорный оже-электронный спектр серебра в интегральном и дифференциальном виде

Рентгеновский микроанализ
Принцип

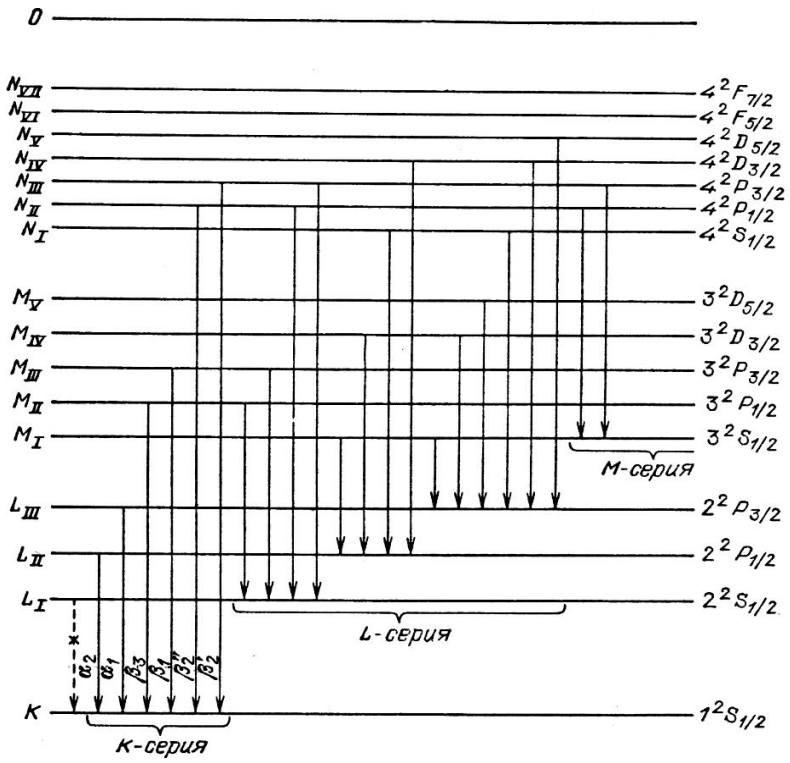


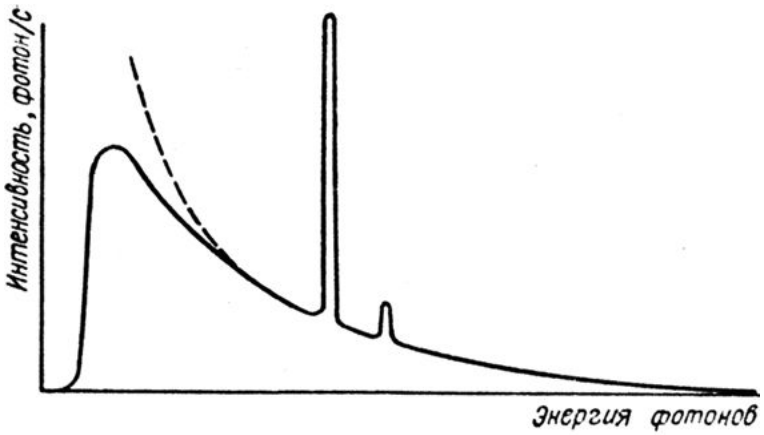
Формула Мозли

$$\omega = \frac{(Z-\sigma)^2 Ry}{\boxtimes}\left(\frac{1}{n_2^2}-\frac{1}{n_1^2}\right)$$



Рентгеновский микроанализ
Принцип

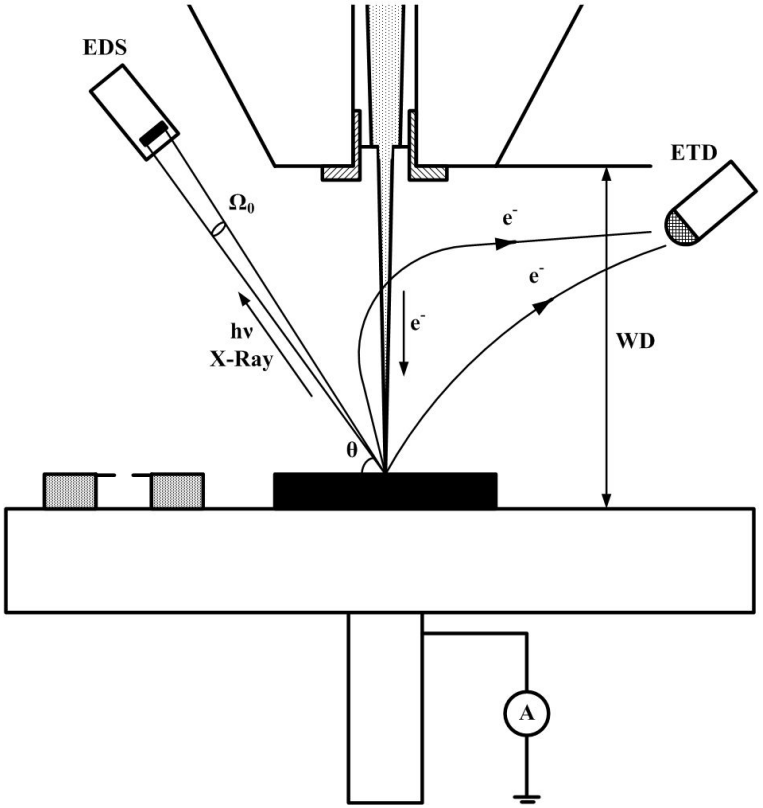




Формула Мозли

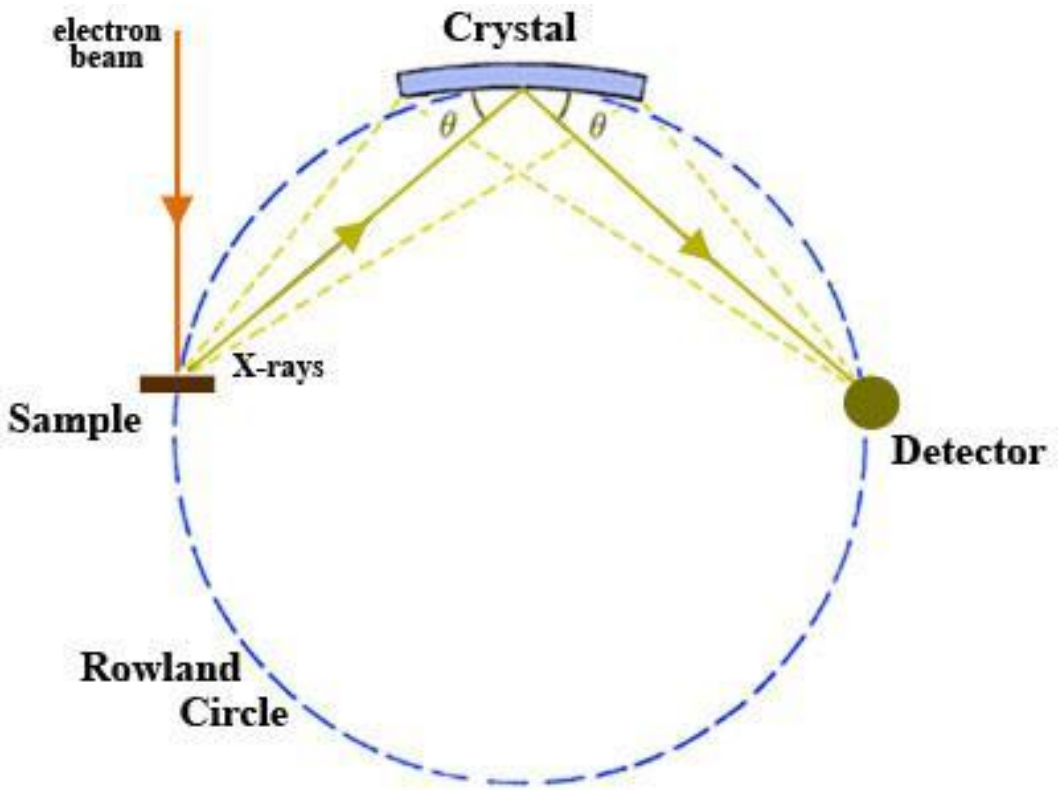
$$\omega = \frac{(Z-\sigma)^2 Ry}{\boxtimes}\left(\frac{1}{n_2^2}-\frac{1}{n_1^2}\right)$$

Рентгеновский микроанализ
Устройство рентгеновского микроанализатора



Рентгеновский микроанализ WDS

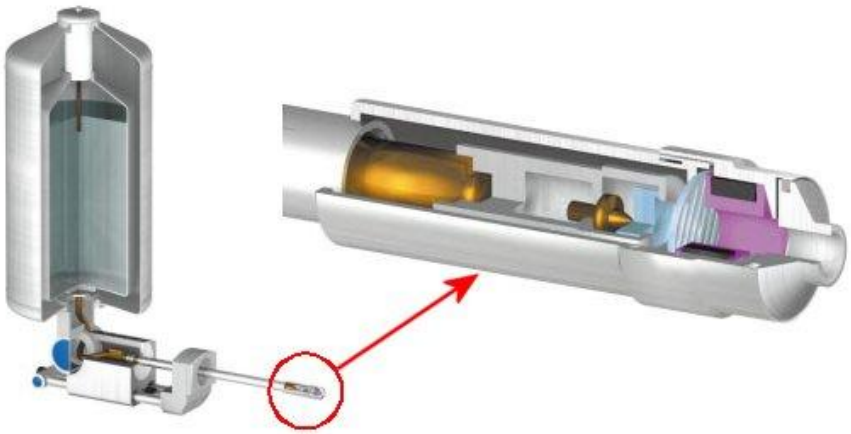
Волновой детектор

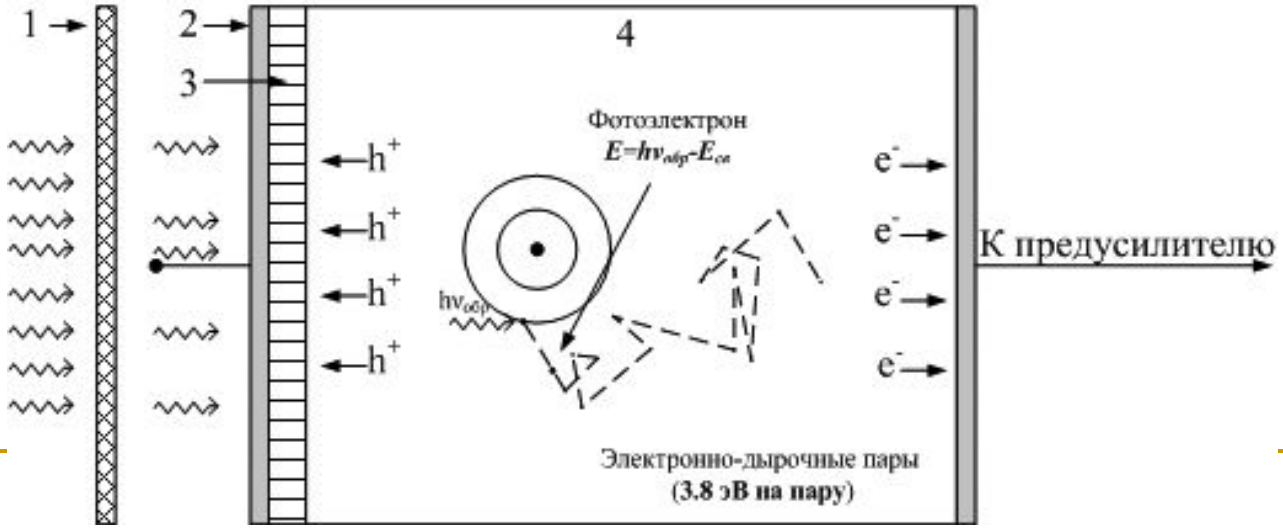


$$2d\sin\theta = n\lambda$$

Рентгеновский микроанализ EDS

Энергодисперсионный детектор

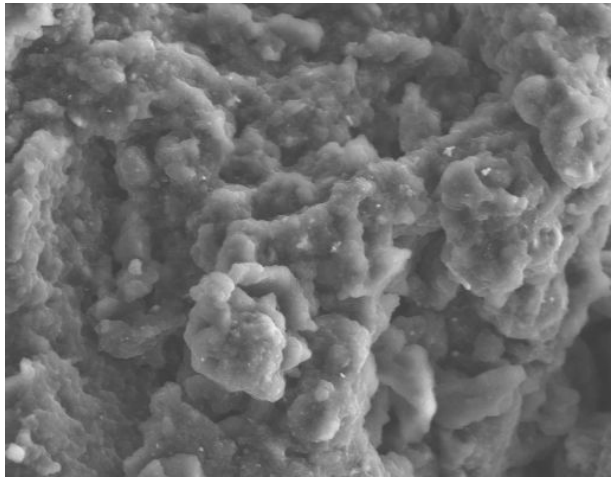




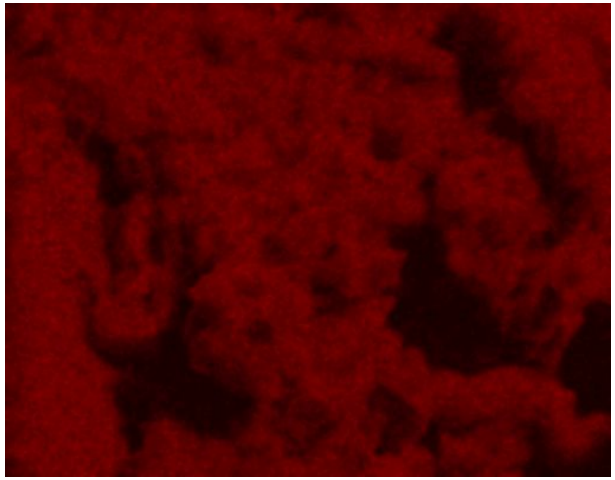
Спасибо за внимание!

Khan.fv@phystech.edu

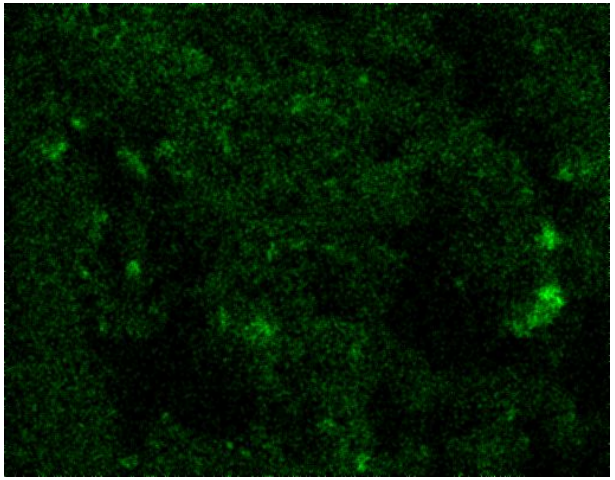
Рентгеновский микроанализ
Картирование модификатора дорожного покрытия



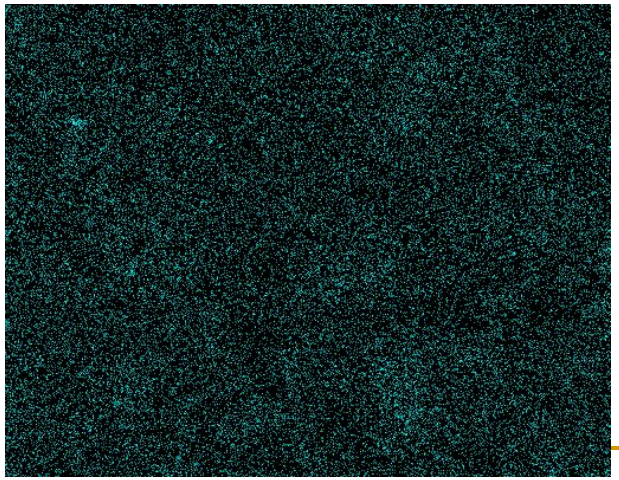
SE



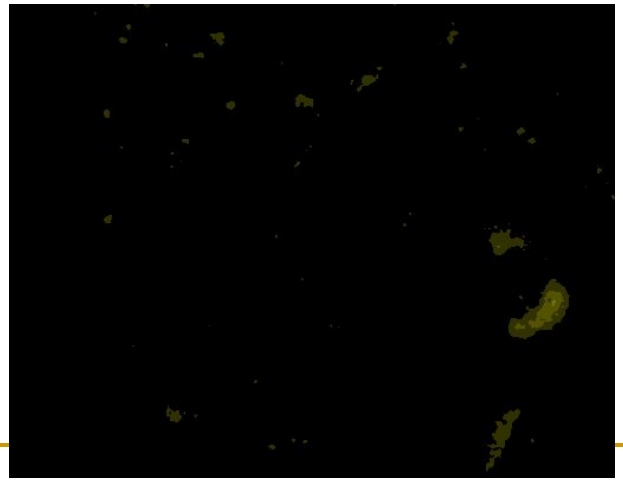
C



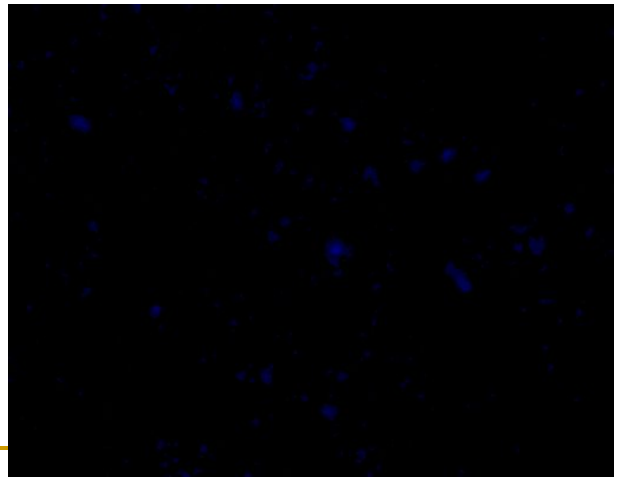
O



S



Al

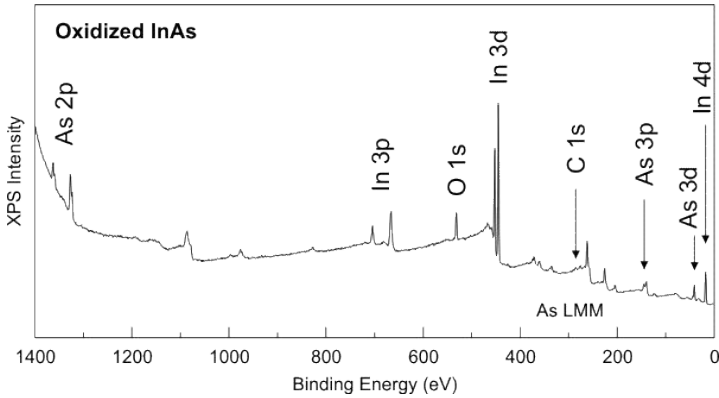


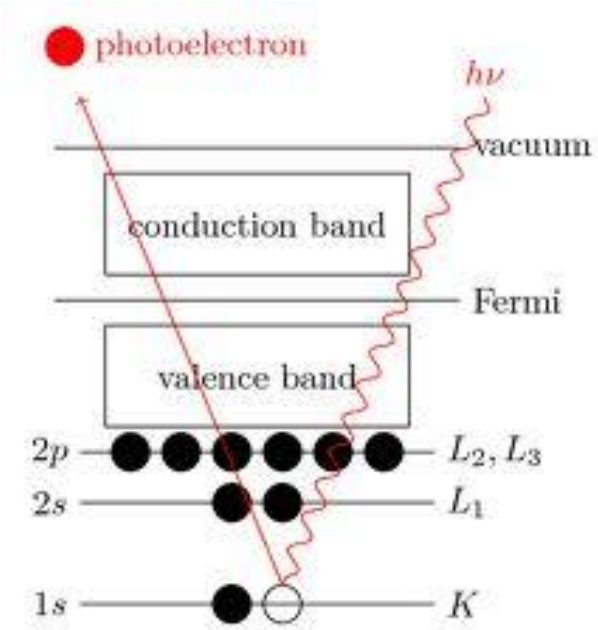
Na

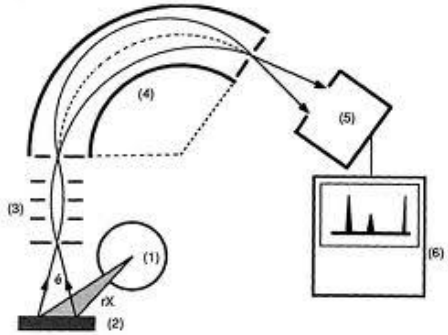
Рентгенофотоэлектронная спектроскопия

Определение химического состава (локальность 15-100 мкм) поверхности и тонких плёнок

Чувствительность: на уровне долей ppm + Возможность определения профиля состава по глубине







Катодолюминесценция
Принцип

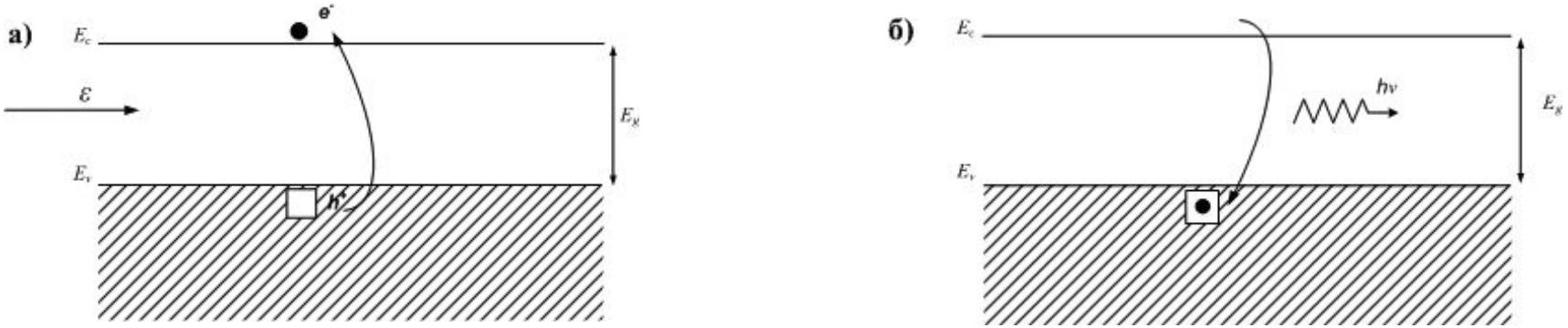
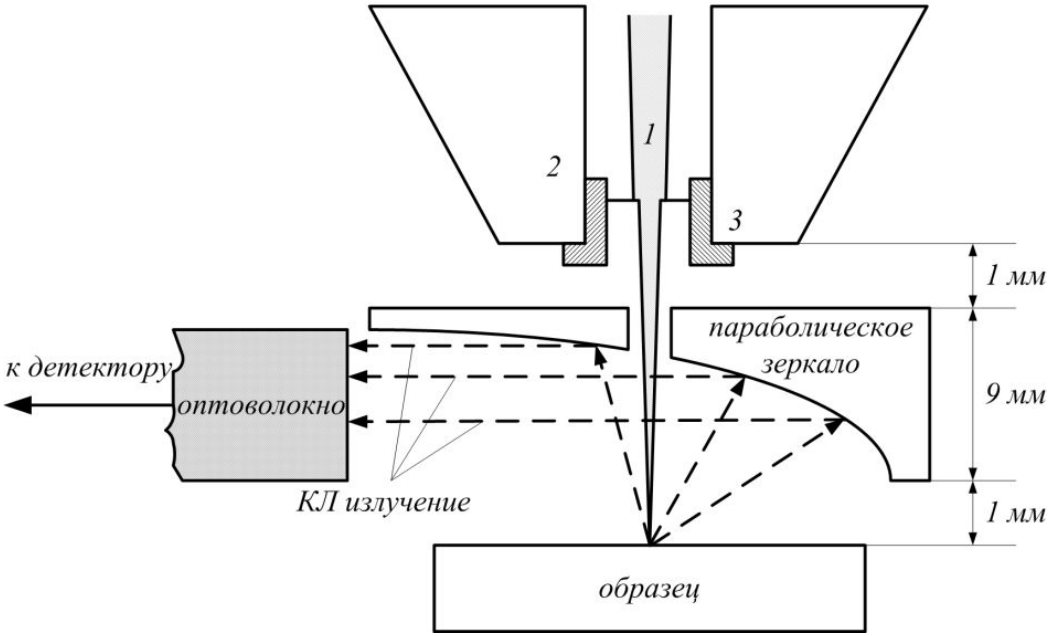
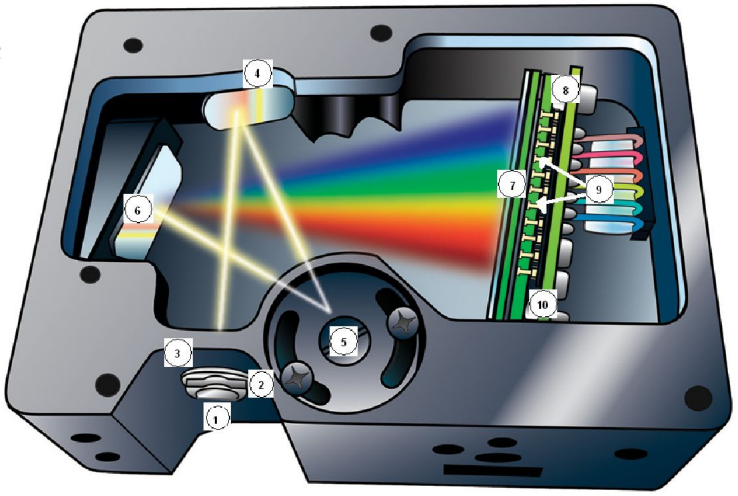


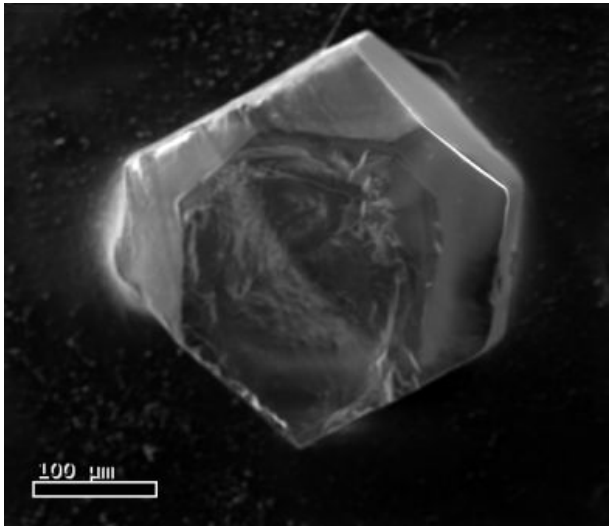
Схема процесса катодолюминесценции при образовании электронно-дырочной пары.
а – неупругое рассеяние электронов пучка привело к образованию электронно-дырочных пар;
б – рекомбинация и аннигиляция электронно-дырочной пары, приводящие к рождению фотона.

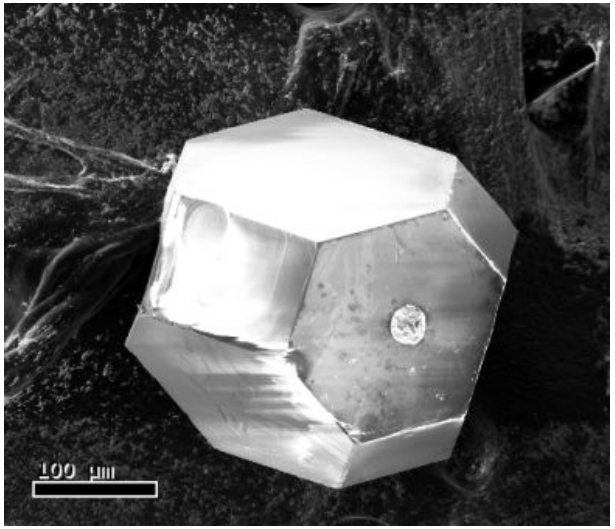
Катодолюминесценция

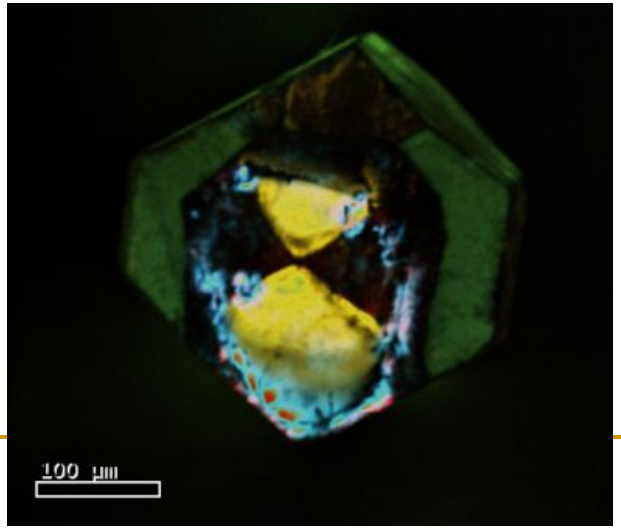


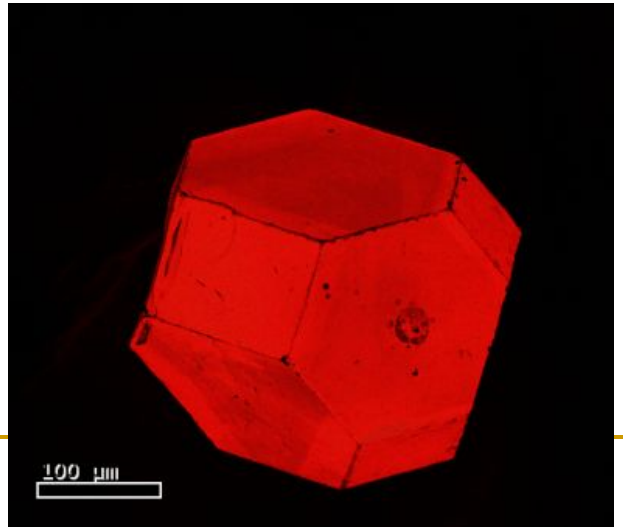


Катодолюминесценция
КЛ алмазов с NV центрами

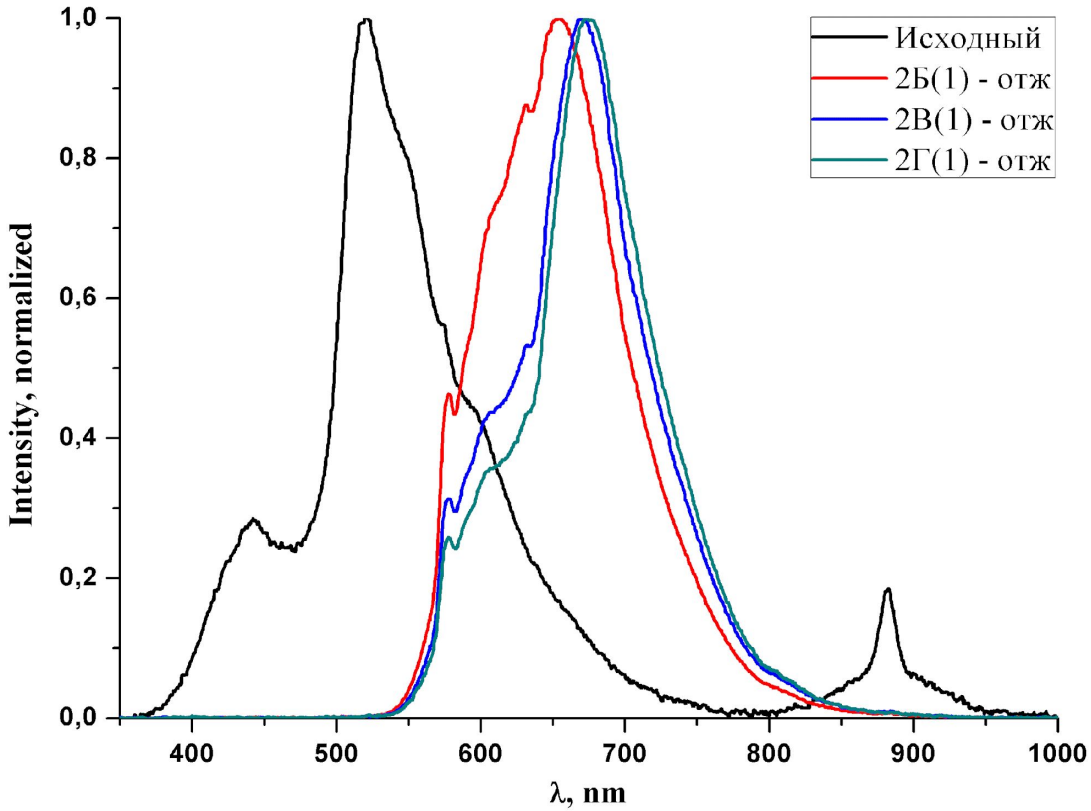




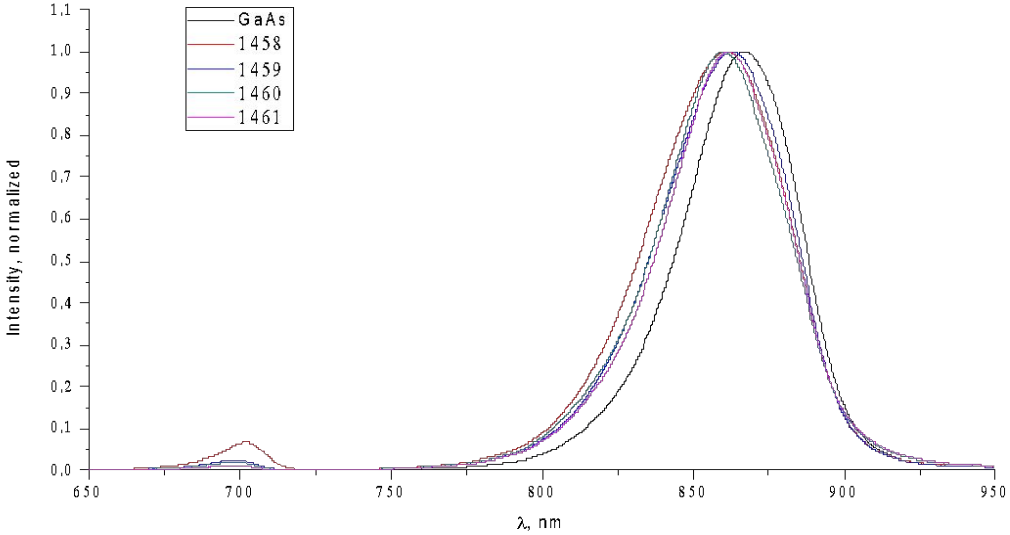




Катодолюминесценция
КЛ алмазов с NV центрами

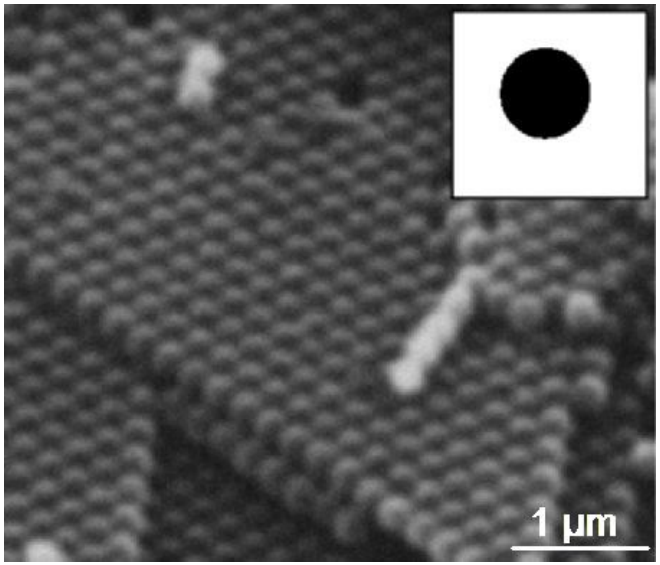


Катодолюминесценция КЛ с гетероструктур $Al_xGa_{1-x}As/GaAs$

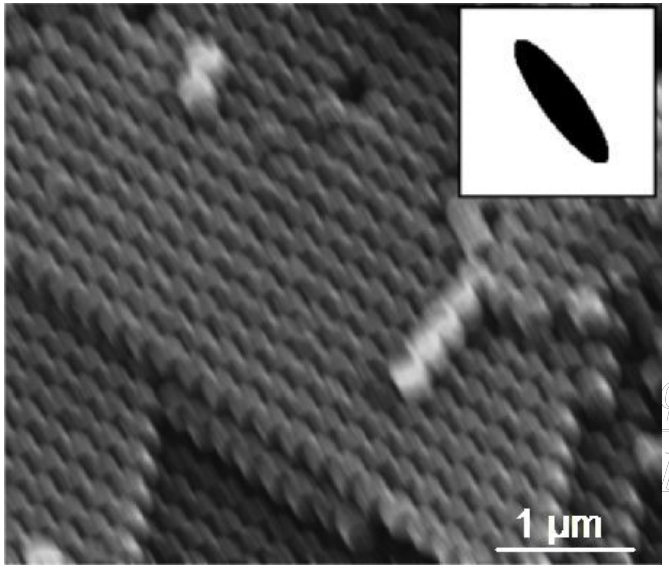


$$E_g = \begin{cases} 1{,}424 + 1{,}247\,x, & \text{при } x < 0{,}45 \\ 1{,}91 + 0{,}545 + 0{,}143x^2, & \text{при } x > 0{,}45 \end{cases}$$

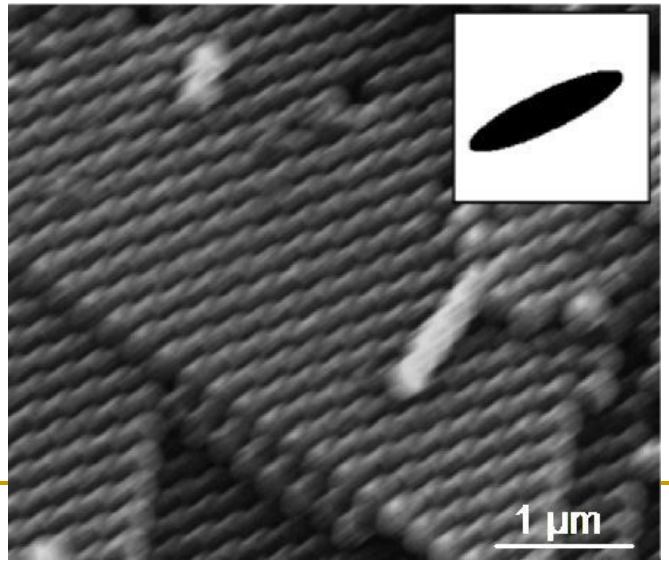
Астигматизм



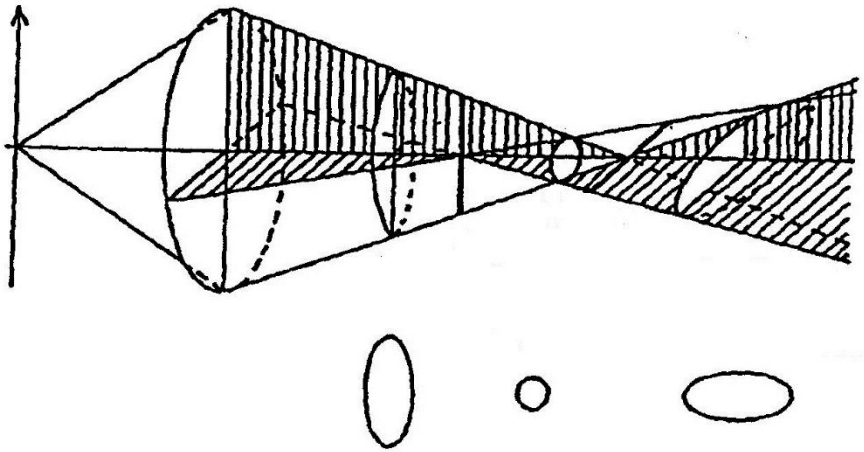
Плохой фокус



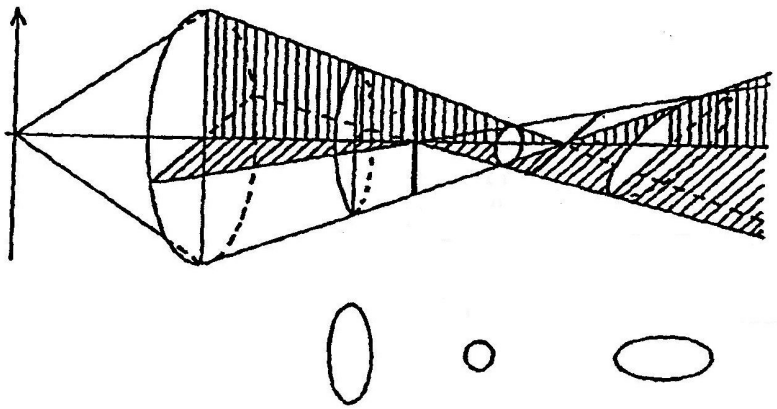
Астигматизм

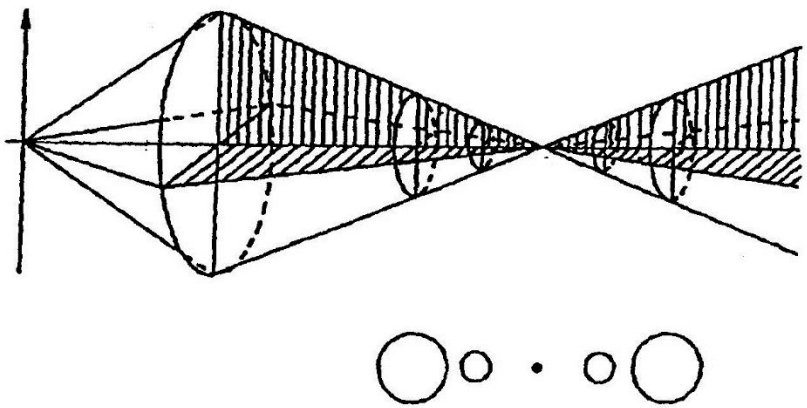


Астигматизм



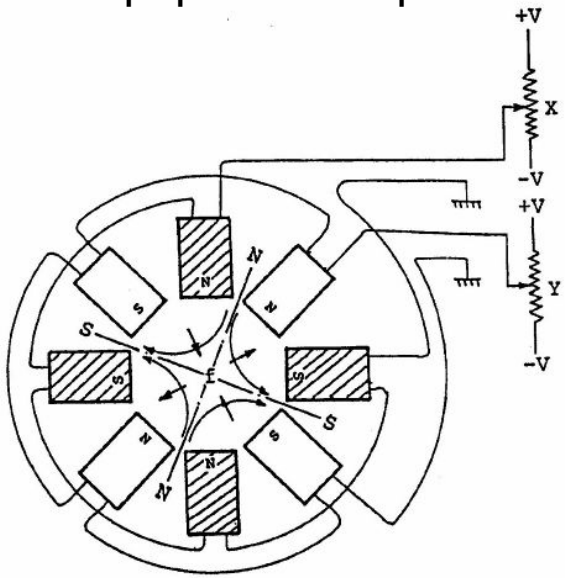
Стигматор – компенсатор астигматизма



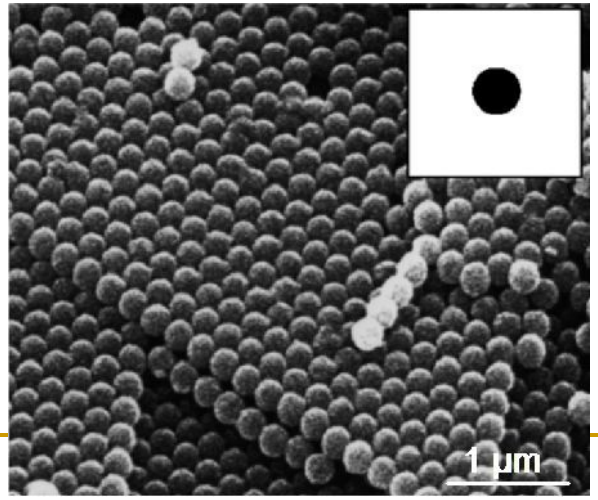


Искаженная форма электронного зонда

Правильная форма электронного зонда

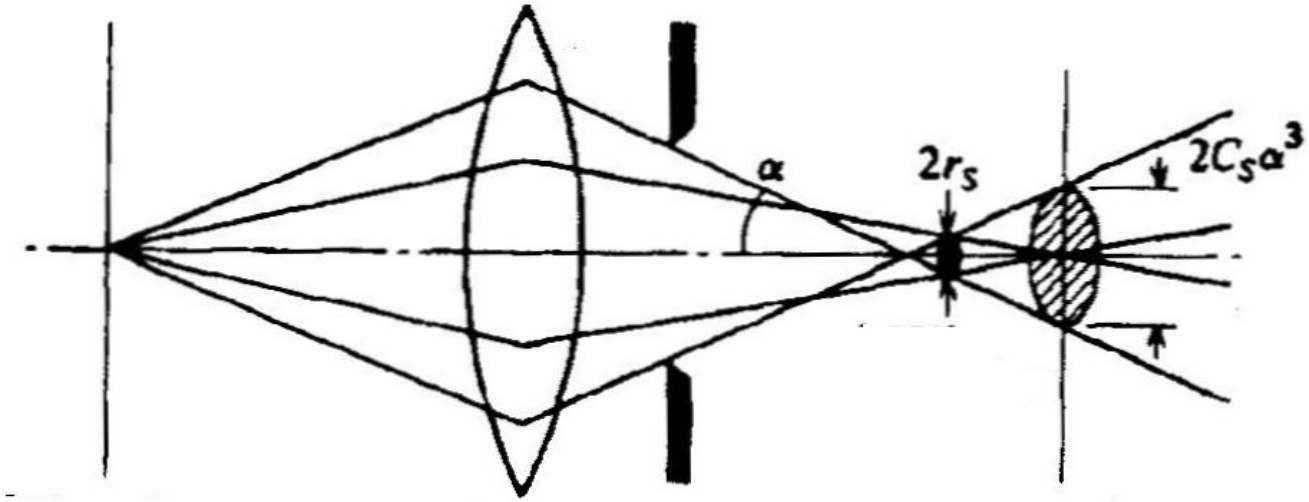


Стигматор



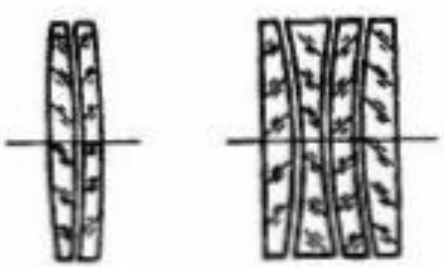
Хороший фокус

Сферические аберрации



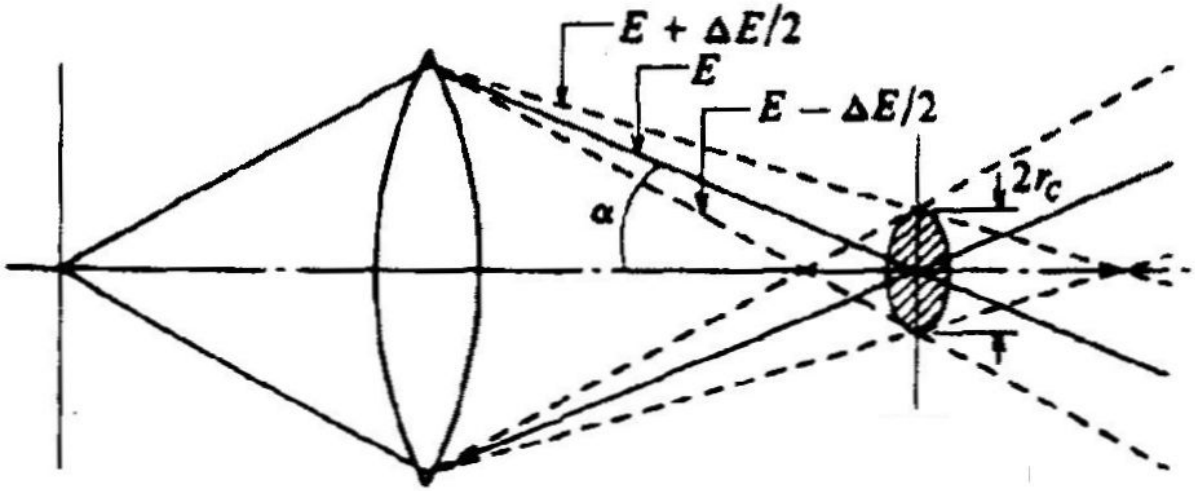
Размытие $d_s = 2\alpha C_s^3$, где Cs – коэффициент сферической аберрации (2–3 фокусных расстояния), α - угол сходимости пучка

Меньше диафрагма – меньше аберрации!

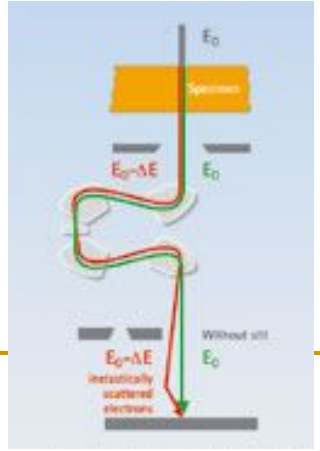


Корректор сферических аберраций – рассеивающая электромагнитная линза (два октуполя)

Хроматические аберрации



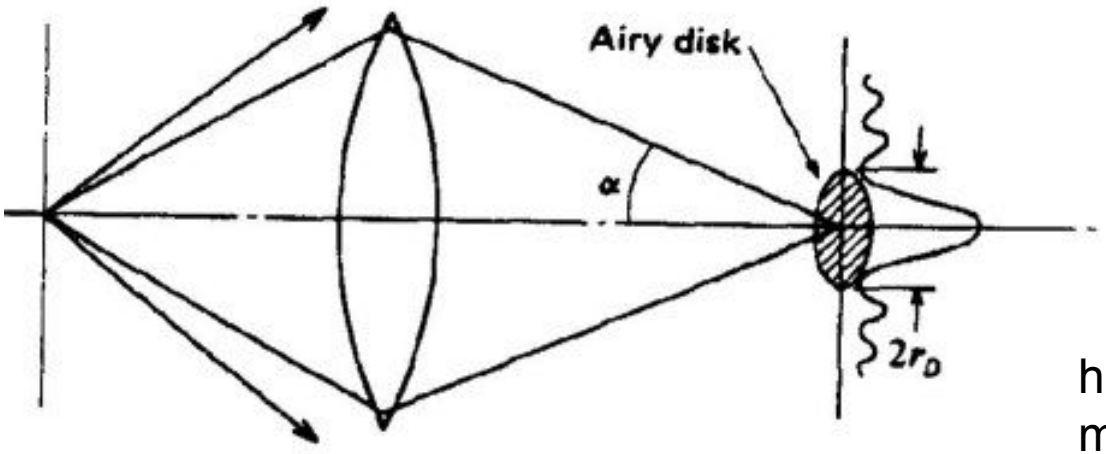
Размытие $d_c = C_c \alpha \frac{\Delta E}{E}$, где Сс – коэффициент хроматической аберрации, Е – энергия электрона, α - угол сходимости пучка



Больше энергия – меньше аберрации!

Корректор сферических аберраций – система поворота пучка и диафрагмы.

Дифракционные аберрации

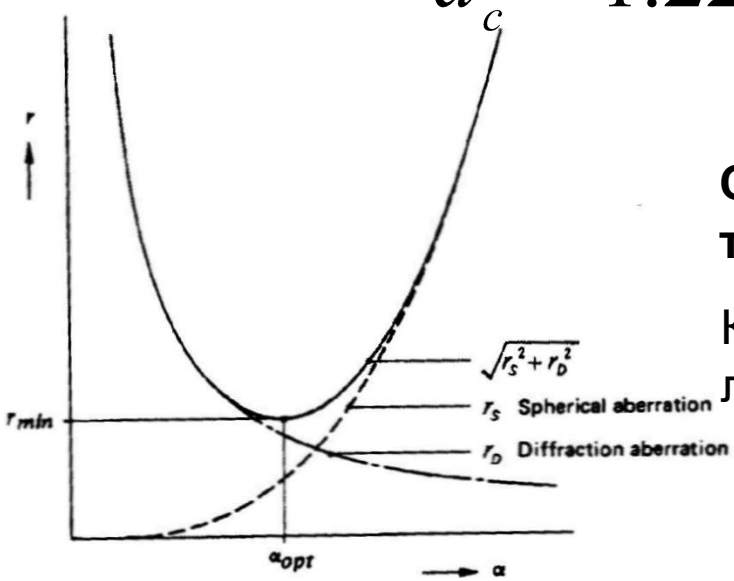


Длина волны де Бройля для электрона

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}}$$

h – постоянная планка,
m – масса электрона,
E – энергия электрона

Размытие $d_c = 1.22\frac{\lambda}{\alpha}$, где α - угол сходимости пучка



Существует оптимальный угол сходимости – то есть оптимальный рабочий отрезок!

Как правило – ближе образец к объектной линзе – лучше фокусировка – хуже глубина фокуса