

Наноэлектроника

Практическое занятие 6

к.т.н., доц. Марончук И.И.

ТЕХНИЧЕСКИЕ СРЕДСТВА НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Диагностика и методы
исследования
нанообъектов и наносистем

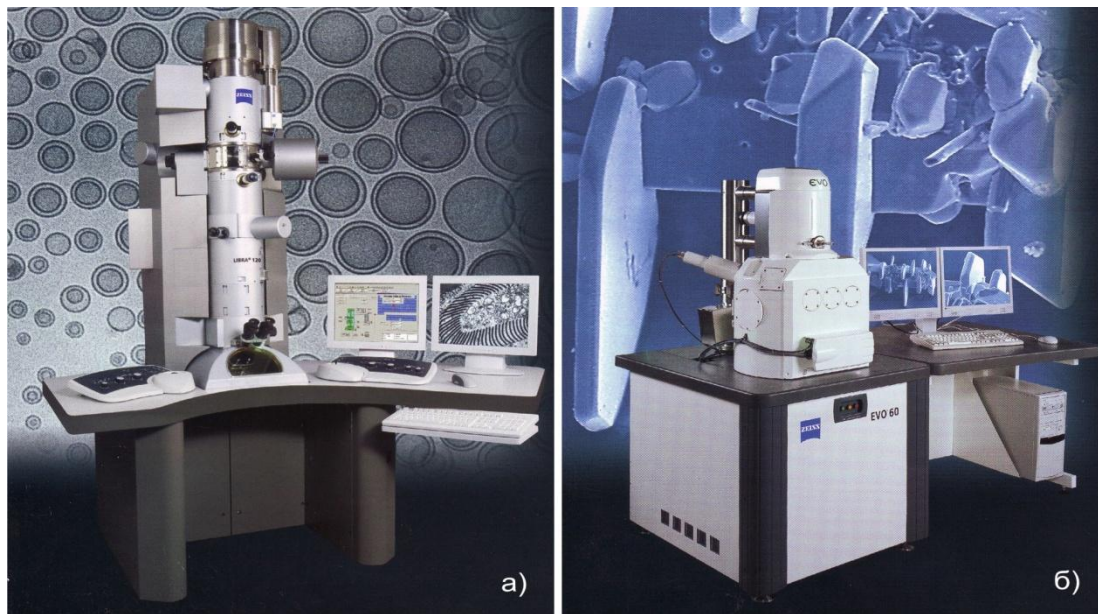
Электронная микроскопия

Часть 2. Растровая электронная микроскопия

Электронная микроскопия - совокупность методов исследования с помощью электронных микроскопов микроструктуры тел (вплоть до атомно-молекулярного уровня), их локального состава и локализованных на поверхностях или в микрообъёмах тел электрических и магнитных полей (микрочерез).

Электронный микроскоп - это прибор, который дает возможность получать сильные увеличения объектов, используя для их освещения электроны. Электронный микроскоп позволяет видеть такие мелкие детали, которые не разрешимы в световом (оптическом) микроскопе и широко применяется в научных исследованиях строения вещества.

По принципу действия и способу исследования объектов различают несколько типов: **просвечивающие, отражательные, эмиссионные, растровые, теневые** электронные микроскопы. Наиболее распространены микроскопы просвечивающего и растрового типа, обладающие высокой разрешающей способностью и универсальностью.



*Электронные микроскопы фирмы Karl Zeiss:
а)- просвечивающий; б)- растровый.*

Растровый электронный микроскоп (РЭМ) широко используется в научно-исследовательских лабораториях. По своим техническим возможностям он сочетает в себе качества как светового (СМ), так и просвечивающего электронного (ПЭМ) микроскопов, но является более многофункциональным.

В основе РЭМ лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений.

Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны.

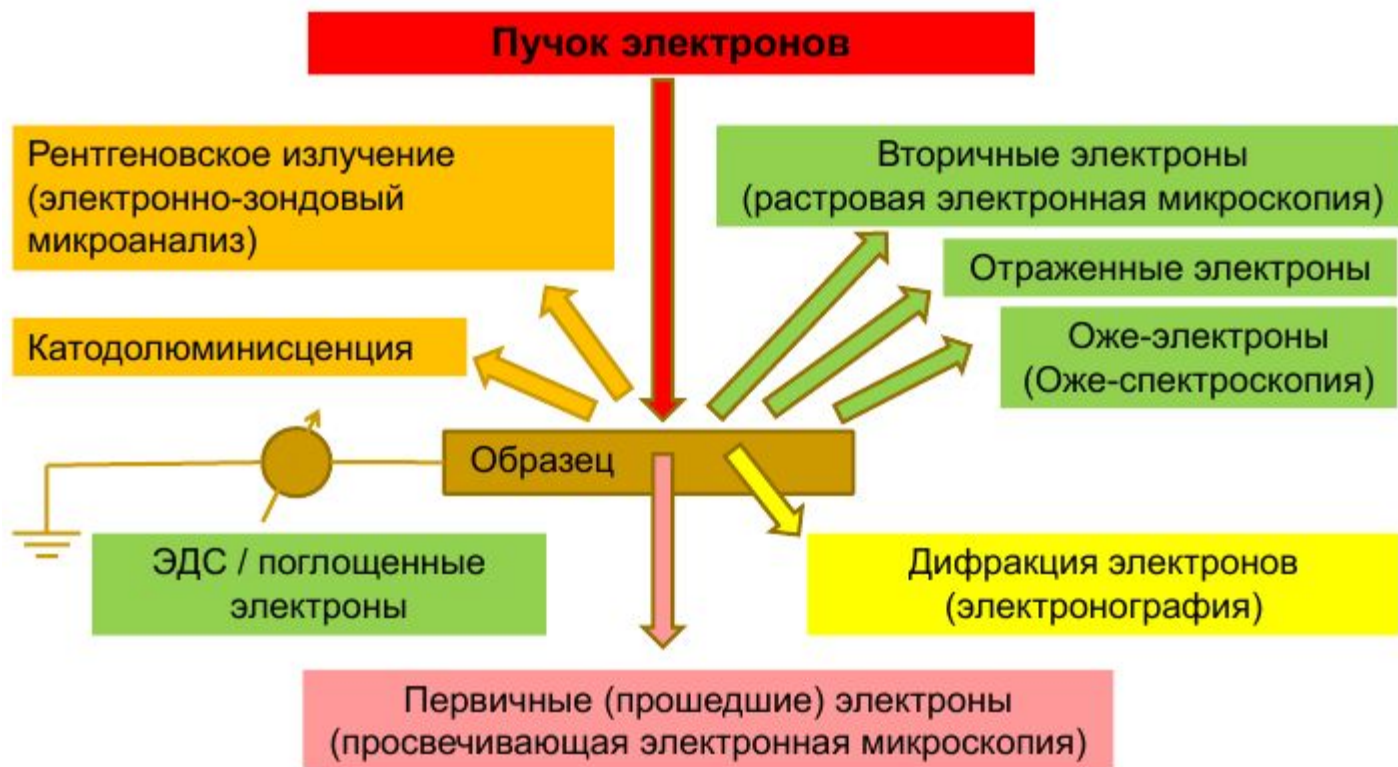
Принцип действия РЭМ основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов - зондом. В результате взаимодействия электронов с образцом (веществом) генерируются различные сигналы.

В основе РЭМ лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны.

Принцип действия РЭМ основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов – зондом. В результате взаимодействия электронов с образцом (веществом) генерируются различные сигналы.

Принципиально идея построения электронного микроскопа была сформулирована в 1935 году М. Кнолем (идея оптического сканирующего микроскопа была ранее высказана и реализована одним из создателей современного телевидения В.К.Зворыкинским в 1924 году) [1-5]. Согласно этой идее изображение объекта формируется последовательно по точкам и является результатом взаимодействия электронного пучка (зонда) с поверхностью образца. Каждая точка образца последовательно облучается сфокусированным электронным пучком, который перемещается по исследуемой поверхности подобно сканированию электронного луча в телевизионных системах.

При взаимодействии электронов зонда с веществом возникают ответные сигналы различной физической природы (отраженные и вторичные электроны, Оже-электроны, рентгеновское излучение, свет, поглощенный ток и пр.), которые используются для синхронного построения изображения на экране монитора. На рис. представлена схема образования вторичных сигналов под влиянием электронного зонда.



Для формирования изображения не используется электронно-оптическая система. Изменение масштабов изображения осуществляется радиотехническими средствами.

Поэтому растровые электронные микроскопы (РЭМ) принципиально отличаются от микроскопов, как дифракционных приборов, в обычном понимании этого термина. По существу РЭМ - это телевизионный микроскоп.

Несмотря на кажущуюся простоту идеи, высказанной М.Кнолем, осуществить ее в виде надежного прибора с достаточным для практической работы разрешением оказалось очень сложно из-за весьма ограниченных технических возможностей того времени.

Первые действующие приборы были созданы в 1939 (Арденне) и в 1942 годах (Зворыкин). Однако широкое использование РЭМ в науке и технике стало возможно лишь в 70-е годы, когда появились высоко надежные приборы, созданные на основе достижений микроэлектроники и вычислительной техники.

Устройство электронных микроскопов различных видов



Рис. Общий вид цифрового сканирующего электронного микроскопа **CamScan MX 2500S**



В растровом (сканирующем) электронном микроскопе проводится регистрация сигналов от поверхности образца.

Разрешающая способность : 50 – 100 Å.



FEI Helios

Разрешение:

электронной колонны

@ 15 кВ 0.9 нм

@ 1 кВ 1.4 нм

ионной колонны

@ 30 кВ 5 нм

• Энергодисперсионный микроанализ EDXS (разрешение 128 эВ).

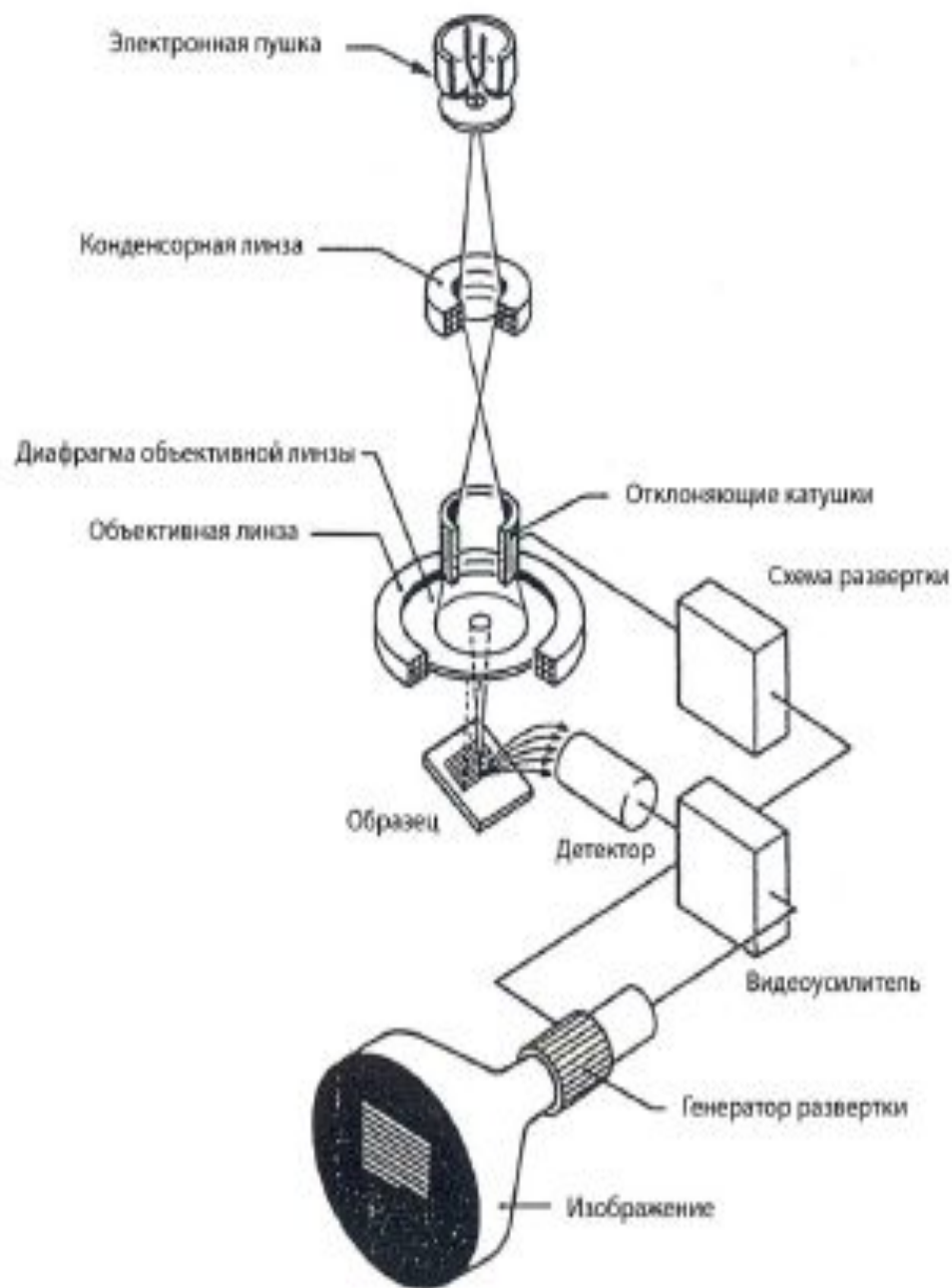
• Напыление вольфрама, углерода, платины, травление ионами Ga⁺.

• Микроманипулятор Omniprobe.

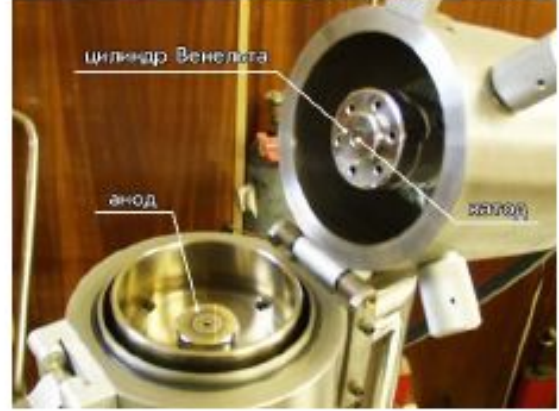
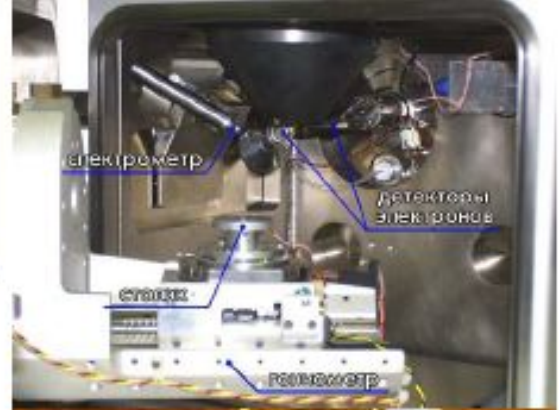
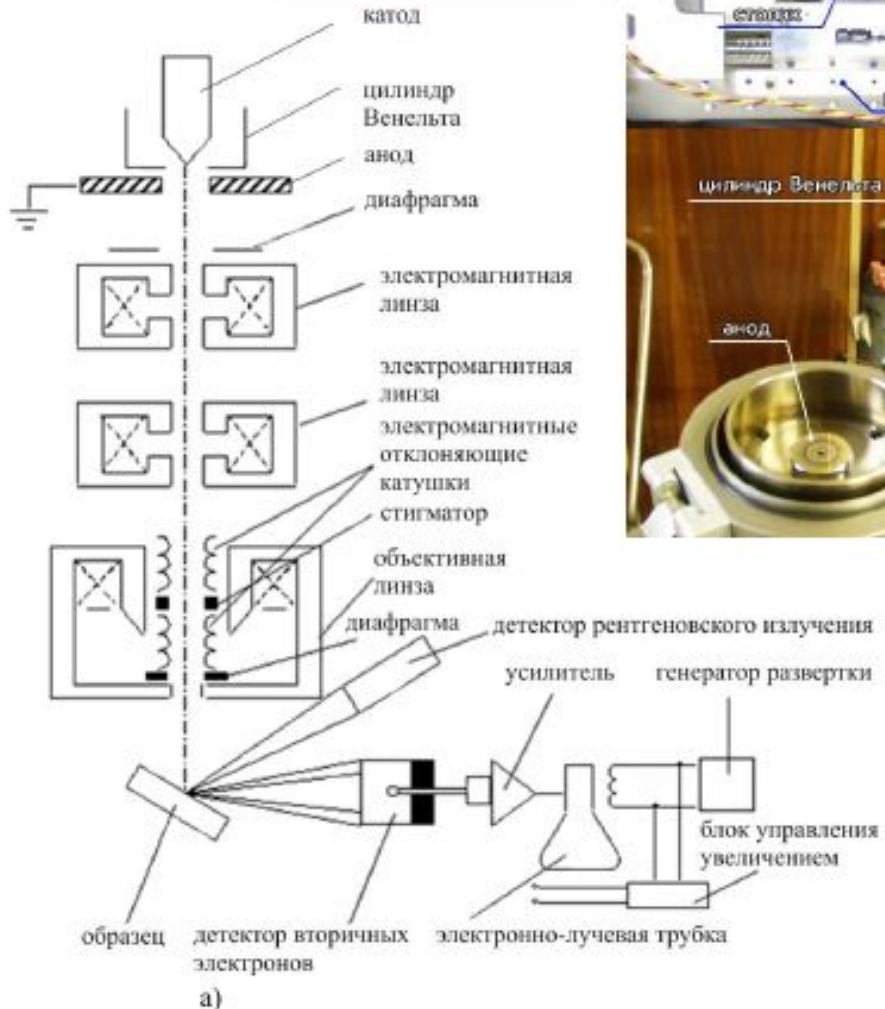
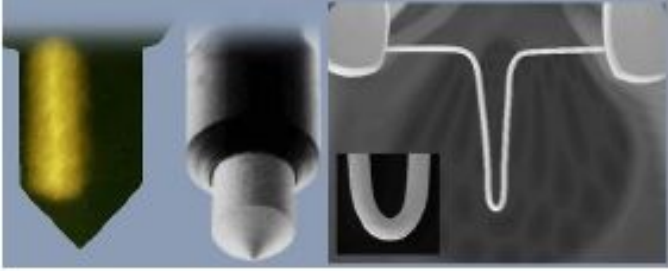


Внешний вид
растрового
аналитического
микроскопа марки
EVO 50 производ-
ства фирмы Carl
Zeiss (Германия-
Великобритания):
1 - колонна, 2 -
энергодисперсион-
ный спектрометр
(EDS),

3 - волнодисперсионный спектрометр (WDS), 4 - шлюз, 5 -
управляющая панель, 6 - джойстик, 7 - основной и
вспомогательные мониторы, 8 - системный блок ЭВМ
микроскопа, 9 - системный блок ЭВМ EDS и WDS, 10 -
блоки питания, высоковольтный трансформатор, система
вакуумной откачки



Электронно-оптическая колонна РЭМ состоит из электронной пушки, нескольких электромагнитных фокусирующих линз, отклоняющей системы и набора диафрагм. Электронная пушка является стабильным источником электронов, а система линз используется для формирования узкофокусированного электронного пучка. На выходе из катода электроны представляют собой электронное облако, сконцентрированное у острия. Путем подачи положительного напряжения на анод, расположенный в области острия катода, электроны разгоняются и превращаются в направленный пучок электронов.



б)

Рисунок 3 – Схема (а) и узлы (б) растрового электронного микроскопа.

В настоящее время разработано несколько типов катодов, которые работают на принципе термоэлектронной и/или автоэлектронной эмиссии, т.к. преодолеть работу выхода электронов из твердого тела (в данном случае из острия катода) можно либо путем разогрева электронов, либо путем приложения сильного электрического поля. Рассмотрим основные типы эмиссии и устройство катодов на их основе.

Термоэлектронная эмиссия

В данном типе эмиссии электроны эмитируются источником в результате сильного нагрева катода. При высоких температурах часть электронов приобретает энергию, достаточную для преодоления потенциального барьера (работа выхода катода), и покидает его. Плотность тока эмиссии, выходящего из катода, описывается законом Ричардсона:

$$J = aT^2 e^{-\varphi/kT}$$

где a - постоянная, зависящая от материала катода, T - температура катода, φ - работа выхода.

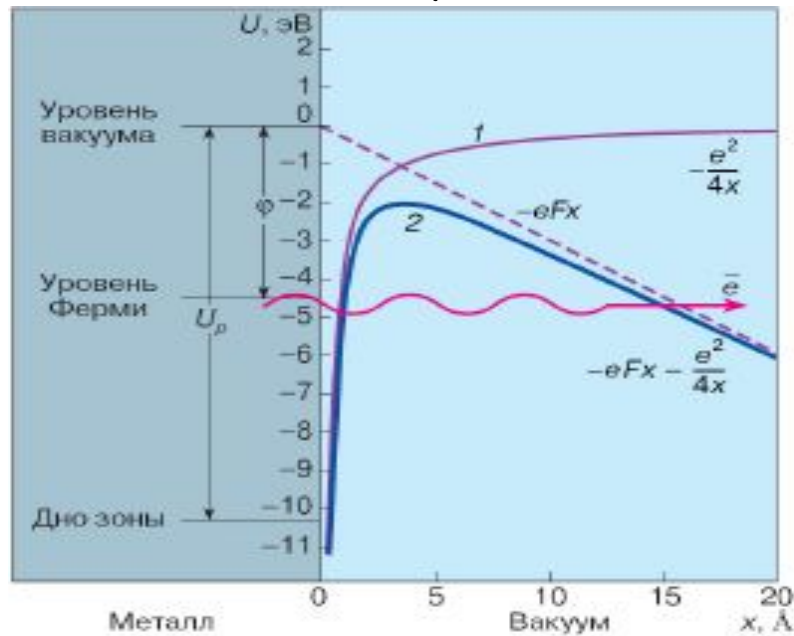
Наиболее распространенным типом катодов, использующих термоэлектронную эмиссию является вольфрамовый термокатод, представляющий собой согнутую вольфрамовую нить диаметром $\sim 100\mu\text{м}$, с острием в форме буквы V.

Использование вольфрама обусловлено сочетанием высокой температуры плавления, относительно низкой работы выхода (работа выхода для вольфрама 4,5 эВ), возможности работы при низком вакууме (10^{-5} мбар), дешевизне. Недостатки вольфрамовых катодов - относительно малое время работы (в среднем 40-80 часов), невысокое разрешение, а также низкую светимость (число эмитированных электронов в единицу времени).

Их удаётся преодолеть с помощью другого типа катодов - стержневых термокатодов. Стержневой катод из кристалла гексаборида лантана (LaB_6) представляет собой небольшой стержень с поперечным сечением $\sim 1\text{мм}^2$. Конец стержня, с которого происходит эмиссия, имеет острие с радиусом нескольких микрон. Такой катод требует лучшего вакуума в области пушки (10^{-7} мбар), но по сравнению с вольфрамовым, дает высокую светимость, имеет меньшую работу выхода (для LaB_6 2,4эВ), время работы составляет порядка 200 часов.

Автоэлектронная эмиссия

Принцип автоэлектронной эмиссии основан на туннелировании электронов через потенциальный барьер на границе раздела фаз металл - вакуум. К острию катода прикладывается высокое отрицательное напряжение, в результате чего, возникающее электрическое поле эффективно изменяет форму потенциального барьера и создает условия для туннелирования (Рис.)



Потенциальный барьер на границе металл-вакуум. Кривая 1 - потенциальный барьер без приложения электрического поля. Кривая 2 - после приложения электрического поля.

Из Рис. видно, что ширина барьера зависит от напряженности электрического поля eF .

Плотность тока автоэлектронной эмиссии описывается Уравнением Фаулера-Нордгейма:

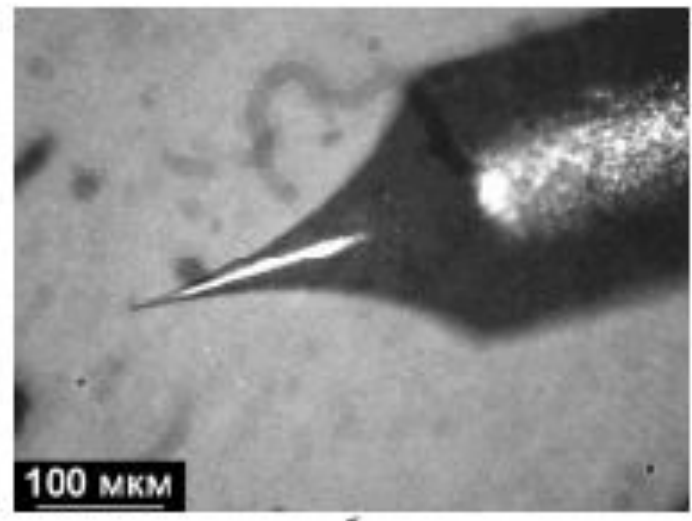
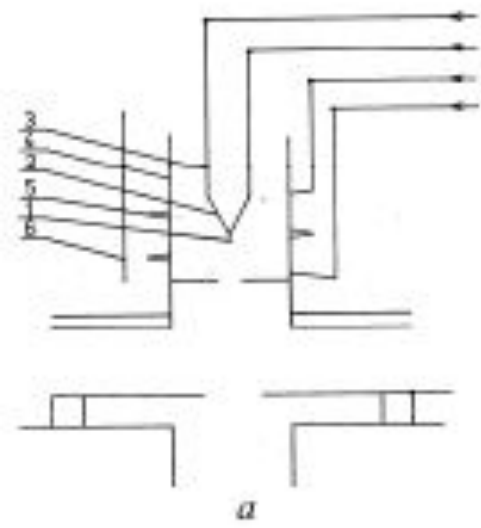
$$J = \frac{aE^2}{\varphi} e^{-\frac{b\varphi^{3/2}}{E}}$$

где E - напряжённость электрического поля, φ - работа выхода, функции a и b зависят от геометрии и работы выхода катода.

Этот тип эмиссии реализован, например, в вольфрамовом автоэмиссионном катоде. Радиус острия вольфрамового автоэмиссионного катода составляет 20-200нм. Такие размеры острия катода необходимы для увеличения напряженности электрического поля, что приводит в свою очередь к возрастанию вероятности туннелирования.

Автоэмиссионная электронная пушка с вольфрамовым катодом позволяет получать очень высокую плотность тока. Её светимость приблизительно на два порядка выше, чем у термоэлектронной пушки на LaB6. Основными техническими сложностями, возникающими при работе такого катода, являются необходимость очень высокого вакуума и относительная нестабильность работы (вследствие очень малого размера острия). На сегодняшний день на микроскопах с автоэмиссионными катодами достигнуто максимальным разрешением 0.4 нм (Hitachi 5500).

а - схема автоэмиссионного катодного узла (1 - W монокристаллическая нить, 2 - W поликристаллическая нить, 3 - держатель, 4 - экстракционный электрод, 5 - Re спираль, 6 - радиационная защита), б - острие автоэмиссионного катода



а

б

Недавно выяснилось, что основными силами, удерживающими электрон на поверхности катода, являются поляризационные силы. Появление этих сил связано с тем, что электрон, покидающий катод, поляризует электронный газ и таким образом создает внутри положительный заряд, равный по абсолютной величине заряду эмитированного электрона. При покрытии острия катода тонкой оксидной пленкой ZrO высота потенциального барьера значительно уменьшается. Пара ZrO представляет собой электрический диполь с положительным полюсом на Zr . На границе раздела фаз происходит ориентация полярных молекул - на поверхности находится Zr , а атом кислорода - O прямо под ним. Таким образом, на поверхности катода образуется двойной электрический слой, который понижает высоту потенциального барьера и увеличивает вероятность электрона протуннелировать. Этот эффект реализован в последнем поколении катодов: термополевой катод, совмещающий в себе преимущества полевого и автоэмиссионного катодов. Работа выхода для такого катода 2,6 эВ.

В качестве источника электронов в аналитическом растровом электронном микроскопе JEOL JSM-7001F (Japan) используется термополевой катод ZrO/W. По сути, он представляет собой автоэмиссионный катод с элементами термокатода. При увеличении температуры автоэмиссионного катода значительно увеличивается вероятность электронов протуннелировать, так же часть электронов может эмиттироваться за счет надбарьерной эмиссии. Данный тип катодов, по сравнению с простым автоэмиссионным, позволяет получать более высокую разрешающую способность (порядка 1 нм при токе пучка 10-12 пкА и ускоряющем напряжении 30кВ) с рекордными на сегодняшний день значениями тока эмиссии (200 мкА). Данный микроскоп позволяет работать в диапазоне ускоряющих напряжений: от 500 эВ до 30 кэВ и токах электронного пучка от $2 \cdot 10^{-7}$ до 10^{-12} А, что позволяет его использовать в качестве аналитического прибора для анализа элементного состава исследуемого образца.

Принцип работы электронных линз.

Для фокусировки пучка, сформированного в электронной пушке, до конечного размера зонда сканирующего по поверхности образца используется система электромагнитных линз.

Электронное изображение формируется электрическими и магнитными полями примерно так же, как световое - оптическими линзами.

Электромагнитная линза представляет собой многослойную катушку обернутую железом для сокращения утечки магнитного потока и увеличения оптической силы. Магнитное поле, создаваемое витками катушки, по которой проходит ток, действует как собирающая линза, фокусное расстояние которой можно изменять, изменяя ток линзы.

Пучок фокусируется за счет взаимодействия магнитного поля линзы с движущимися заряженными частицами - электронами. Векторное уравнение, связывающее силу F , действующую на электрон в магнитном поле H

$$F = -e[v \times H]$$

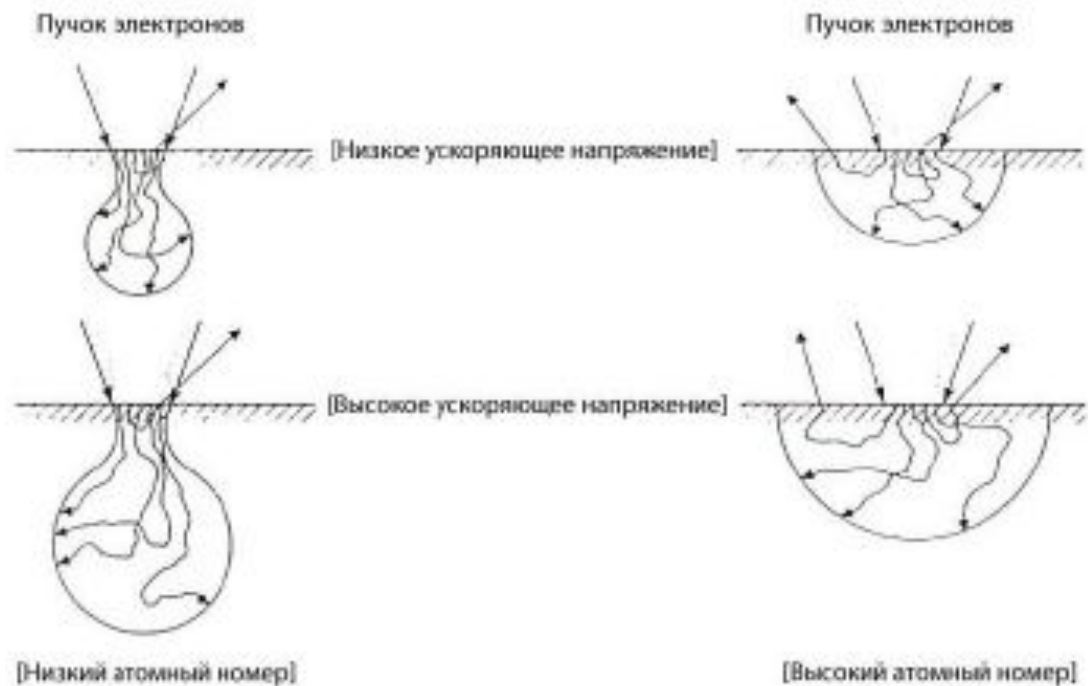
Влияние линзы на электроны обратно пропорционально ускоряющему напряжению электронной пушки, т.е. чем больше ускоряющее напряжение мы подаём, тем больший ток линзы нам необходимо подать, чтобы сфокусировать пучок на поверхности образца.

Взаимодействие электронного пучка с образцом.

Так как электрон заряженная частица, он взаимодействует с образцом посредством кулоновских сил. Когда электронный пучок сталкивается с поверхностью образца, он рассеивается атомными плоскостями вблизи поверхности изучаемого объекта. В результате направление движения электронов в пучке изменяется, и их энергия частично поглощается. Размер и форма области взаимодействия пучка с образцом определяется ускоряющим напряжением и атомным номером элементов образца.

Поведение отдельных электронов и область взаимодействия изображены на Рис. Попадая на поверхность образца, часть электронов отражается в обратном направлении - отраженные электроны (ОЭ), другая часть поглощается, вызывая рентгеновское излучение, катодолюмениценцию и другие эффекты. В результате поглощения электронов вблизи поверхности образуются низкоэнергетичные вторичные электроны, часть которых выходит из образца.

Кроме того, в самой близости к поверхности вследствие эффекта Оже могут образовываться Оже-электроны.



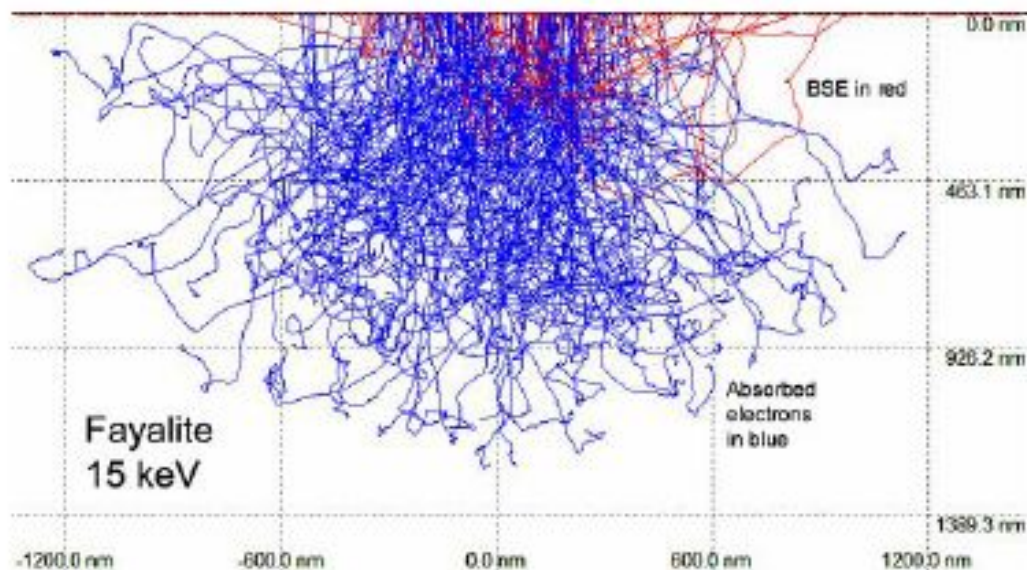
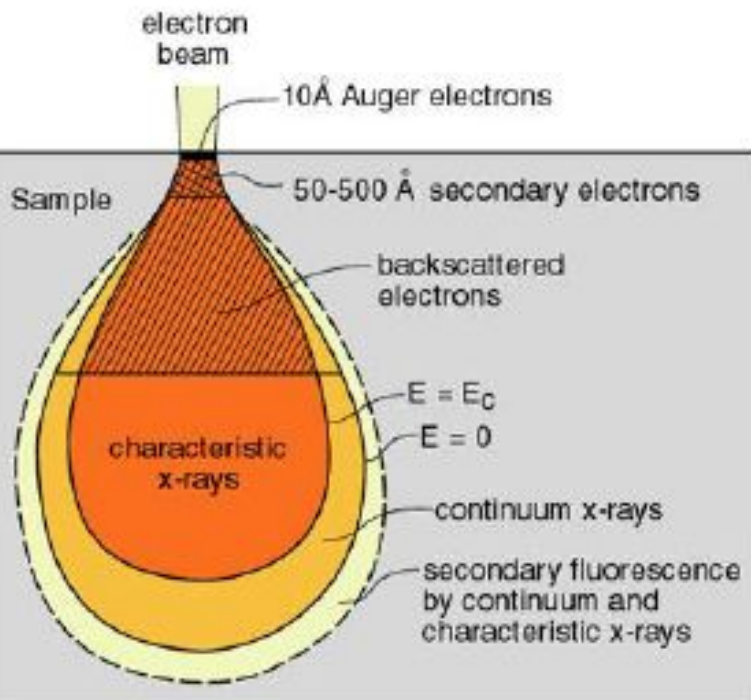
Область взаимодействия

Получаемые сигналы (отраженные и вторичные электроны, рентгеновское излучение, катодолюминесценция и др.) несут большое количество информации, которая описывает природу и свойства изучаемого объекта. Глубина, с которой происходит генерация разных сигналов и их пространственное разрешение изображено на Рис.



Глубина генерации сигналов.

Модель движения электрона в образце

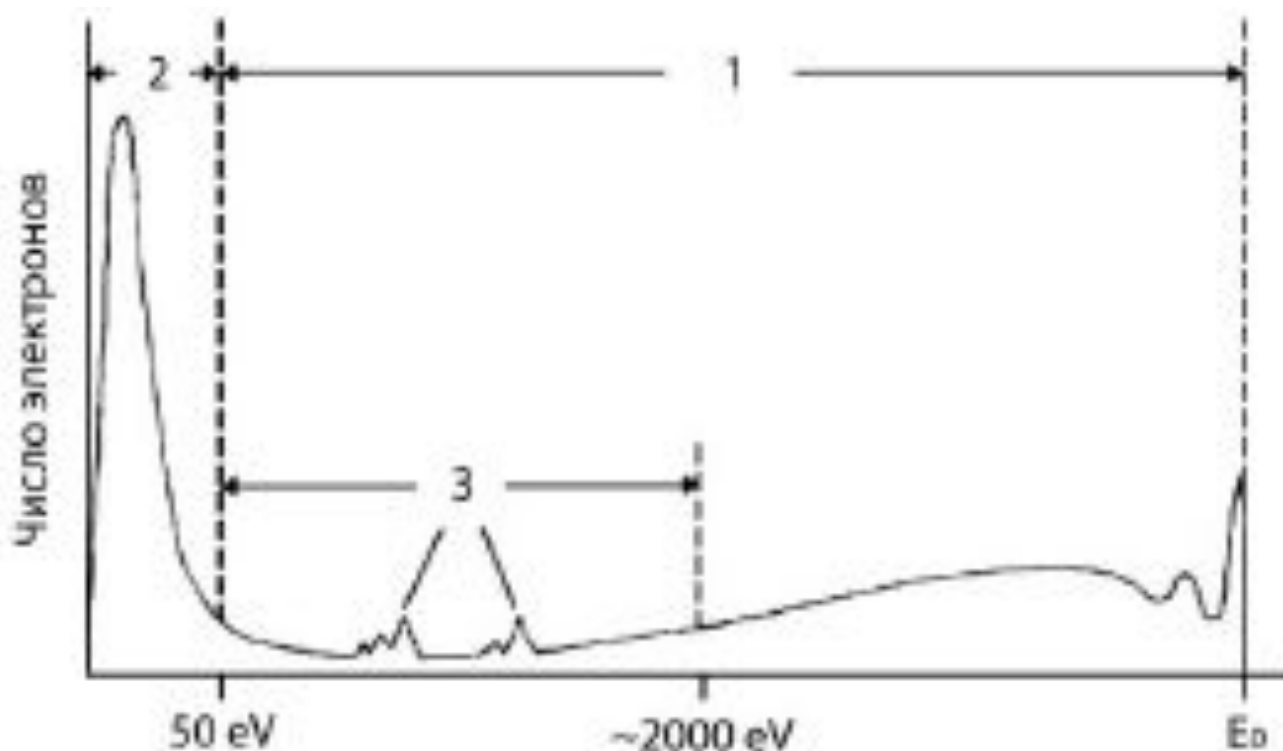


Данные метода Монте-Карло

Характер траекторий электронов,
полученных в результате расчета по методу
Монте-Карло, и формирование области
взаимодействия

Вторичные электроны

Вторичные электроны образуются в результате возбуждения первичным пучком слабо связанных электронов в твердом теле. Они имеют энергию ниже 50 эВ и максимум кривой распределения энергии в несколько электронвольт (Рис.).



Распределение по энергии электронов, эмитированных из мишени: область 1 - отраженные электроны, 2 - вторичные электроны, 3 - Оже-электроны

При движении в твердом теле за счет потерь энергии из-за неупругого рассеяния, которое имеет большую вероятность для низкоэнергетичных электронов, вторичные электроны испытывают сильные потери энергии. Кроме того, чтобы вылететь из твердого тела, они должны преодолеть поверхностный потенциальный барьер. Прямым следствием низкой энергии ВЭ является их малая глубина выхода (5-50 нм). Поэтому в режиме ВЭ достигается высокое пространственное разрешение, которое определяется диаметром электронного зонда и составляет величину 1-3 нм в серийно выпускаемых РЭМ. Количество выходящих ВЭ сильно зависит от угла падения первичных электронов, что обеспечивает топографический контраст в режиме ВЭ. Спектральное распределение по энергиям, траектории, величина выхода и другие характеристики ВЭ значительно меняются при наличии электрических, магнитных полей и потенциалов на образце.

Отраженные электроны

Существует в основном два вида рассеяния электронного пучка в веществе: упругое (изменение траектории движения электрона при незначительной потере энергии) и неупругое (потери энергии при незначительном изменении траектории). Упругое рассеяние главным образом обусловлено взаимодействиями с ядрами атомов, неупругое - взаимодействиями с ядрами и со связанными электронами. Часть первичных электронов пучка, испытавших рассеяние, может вылетать из образца, такие электроны называются отраженными. ОЭ возникают при актах однократного малоуглового упругого рассеяния. Между актами упругого рассеяния электроны теряют энергию вследствие большого числа неупругих взаимодействий. Таким образом, спектр ОЭ занимает область от 50 эВ вплоть до энергии электронов падающего пучка E_0 .

Отношение суммарного количества ОЭ во всем спектральном диапазоне по энергиям к полному числу падающих на образец электронов характеризуется коэффициентом ОЭ. Сильная зависимость коэффициента ОЭ от угла падения зонда приводит, также как и в случае ВЭ, к образованию топографического контраста. Кроме того, в режиме ОЭ имеется возможность наблюдения контраста, связанного с изменением среднего атомного номера по площади образца (так называемого Z-контраста), который обусловлен различием коэффициентов ОЭ для разных материалов.

Глубина выхода ОЭ зависит от энергии падающего пучка и в десятки раз превышает глубину выхода ВЭ. Поэтому разрешающая способность РЭМ в режиме ОЭ существенно ниже, чем в режиме ВЭ.

Рентгеновское излучение.

Наряду с отраженными и вторичными электронами в материале мишени за счет неупругих потерь энергии электронов зонда возникает рентгеновское излучение. Известно, что возможно два принципиально различных пути возникновения рентгеновских квантов. В результате торможения электронов зонда в кулоновских полях атомов образуется так называемое тормозное или непрерывное рентгеновское излучение. Спектр тормозного рентгеновского излучения зависит как от атомного номера мишени, так и от энергии электронов зонда. Интенсивность тормозного спектра растёт с увеличением энергии бомбардирующих мишень электронов и с увеличением атомного номера элемента мишени.

Наряду с актами торможения электроны зонда могут выбивать связанные электроны с глубоких внутренних K-, L-, M-оболочек, переводя атом в возбужденное состояние. Возбужденные атомы возвращаются в основное стационарное состояние в результате электронных переходов с более высокой оболочки с излучением избыточной энергии в виде кванта рентгеновского излучения. В результате на непрерывный спектр накладываются острые пики характеристического излучения, соответствующие этим переходам.

Оже-электроны.

Этот эффект был открыт П.Оже в 1925 году. Суть явления состоит в том, что атом, возбужденный в результате ионизации внутренних электронных оболочек электронами зонда, может возвратиться в основное состояние путем безизлучательного перехода. Энергия возбуждения $E_K - E_{L_1}$ передается другому электрону, например, занимающему соседний уровень L_2 . Этот электрон выходит за пределы мишени и регистрируется, как Оже электрон. Поскольку в оже-электронной эмиссии часто участвуют валентные электроны и существенную роль играет энергия связи внутренних уровней, энергия оже-электронов будет определяться химическим окружением.

Под влиянием энергии связи электронные уровни могут сдвигаться на несколько эВ. Поэтому оже-спектры будут содержать информацию о химическом окружении атома, испустившего оже-электрон. Другая особенность использования оже-электронов связана с очень малыми энергиями оже-электронов. Таким образом, область взаимодействия для оже-электронов будет ограничена толщиной под поверхностью мишени в несколько межатомных расстояний и площадью на поверхности, задаваемую диаметром зонда. Таким образом, основная область применения оже-электронов - это исследования состояния атомов на поверхности мишени.

Катодолюминесценция - это люминесценция, возникающая при возбуждении кристаллической решетки мишени под действием электронов зонда. Ускоренные электроны, попадая в кристаллическую решетку диэлектрика или полупроводника, вызывают ионизацию атомов, возникают вторичные электроны, которые в свою очередь могут производить ионизацию, пока окончательно не растрачат всю энергию или не покинут мишень. Образовавшиеся дырки, перемещаясь по решетке, захватываются центрами люминесценции, где через какое-то время происходит рекомбинация электронов и дырок, приводящая к образованию фотонов, спектр которых аналогичен спектру фотолюминесценции для данной решетки. Спектр катодолюминесценции располагается обычно в ультрафиолетовой или видимой части спектра и характеризует тип центра рекомбинации. Изучение спектров катодолюминесценции позволяет исследовать распределение и тип центров рекомбинации в кристаллической решетке.

Наведенный ток - это увеличение электропроводности диэлектриков и полупроводников, возникающее при бомбардировке поверхности мишени электронами зонда, в результате чего в кристаллической решетке за счет неупругих процессов потерь энергии электронами зонда генерируются электронно-дырочные пары. Если в кристаллической решетке присутствуют какие-либо электрически активные дефекты, они будут служить центрами рекомбинации, при этом будет изменяться ток, снимаемый с мишени. Картины распределения наведенного тока по поверхности образца будут содержать информацию о распределении электрически активных дефектов в образце.

Устройство детекторов в РЭМ

Детектор вторичных электронов

В качестве детектора вторичных электронов в растровых электронных микроскопах наиболее часто устанавливается система типа «сцинтиллятор - фотоумножитель», разработанная Эверхартом и Торнли (Э-Т). Детектор работает следующим образом: электроны, эмитированные с поверхности образца попадают на сцинтиллятор (обычно это легированные пластмассы или стекло), выбивают фотоны, которые по световоду поступают на фотоумножитель, в котором происходит усиление сигнала.

Фотоны бомбардируют первый электрод фотоумножителя, вызывая эмиссию электронов, которые на других электродах образуют каскады электронов, создающих на выходе импульс с усилением 10^5 - 10^6 . Это усиление оказывается с очень низким уровнем шума в широкой полосе пропускания (Рис.)

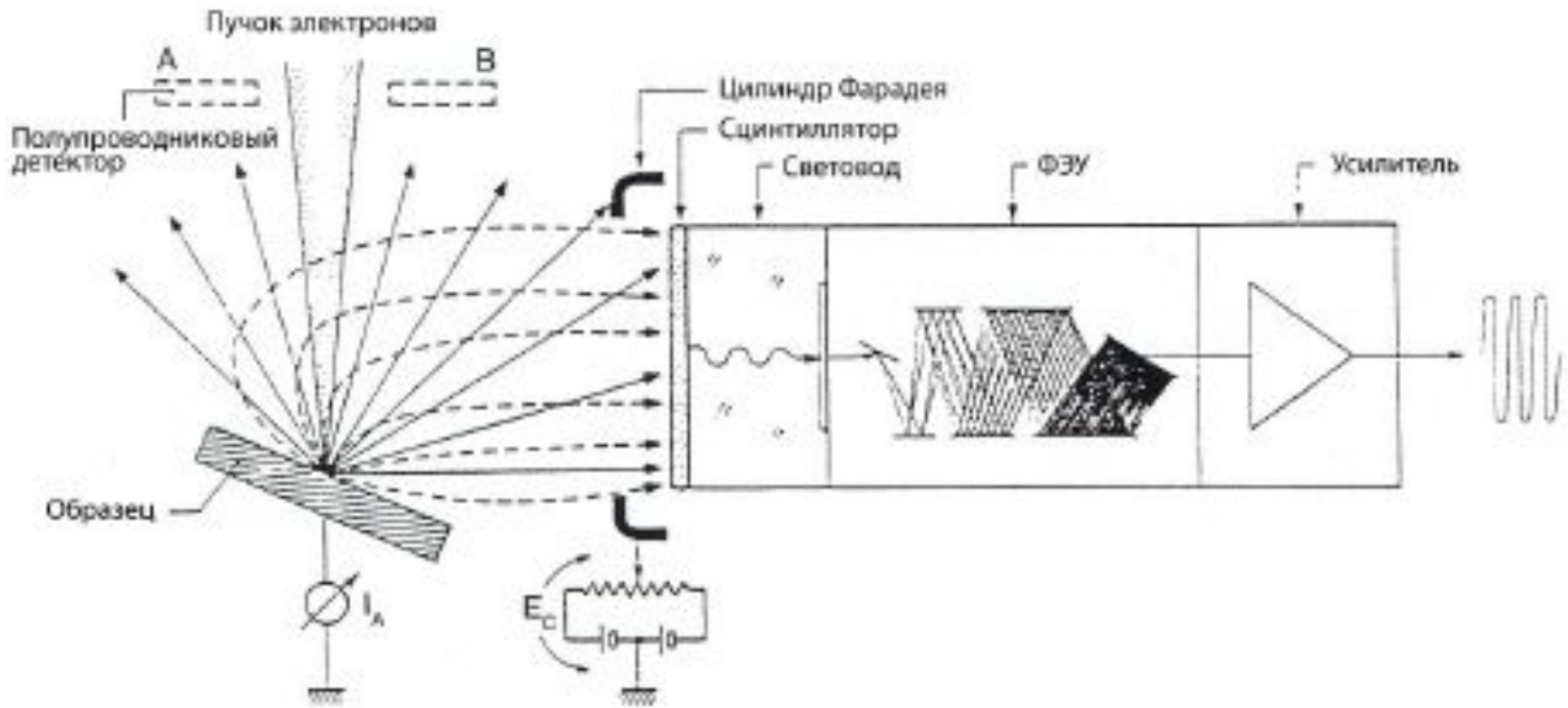


Схема детектора Эверхарта-Торнли.

Для того чтобы использовать сигнал низкоэнергетичных вторичных электронов сцинтиллятор покрывают тонким (10-50 нм) слоем алюминия и подают на него положительный потенциал +10 кВ. Таким образом вторичные электроны электрическим полем затягиваются в детектор, в отличие от высокоэнергичных отраженных электронов, энергии которых сравнимы или больше, поэтому они не «чувствуют» такое поле.

Чтобы устранить влияние напряжения +10 кВ на падающий пучок сцинтиллятор окружают цилиндром Фарадея, потенциал которого близок к земле выпрямителя. Для того чтобы электроны могли попасть на сцинтиллятор, в нём делается отверстие, затянутое сеткой. Для улучшения сбора вторичных электронов на цилиндр Фарадея может подаваться напряжение до +300 В, которое не приводит к существенному искажению падающего пучка. Если требуется исключить вклад вторичных электронов в детектируемый сигнал, на цилиндр Фарадея подается потенциал -50 В или со сцинтиллятора снимается высокое напряжение.

Детектор отраженных электронов

Для регистрации сигнала отраженных электронов оказывается не эффективно использование детектора типа Эверхарта-Торнли, т.к. в этом случае сбор электронов происходит в малом телесном угле. Это связано с тем, что отраженные электроны имеют высокую энергию и движутся прямолинейно в широком телесном угле (до 180°), не отклоняясь электрическим полем в отличие от вторичных электронов. При этом на сцинтиллятор, имеющий довольно малый диаметр (до 1 см) попадает лишь незначительная часть ОЭ.

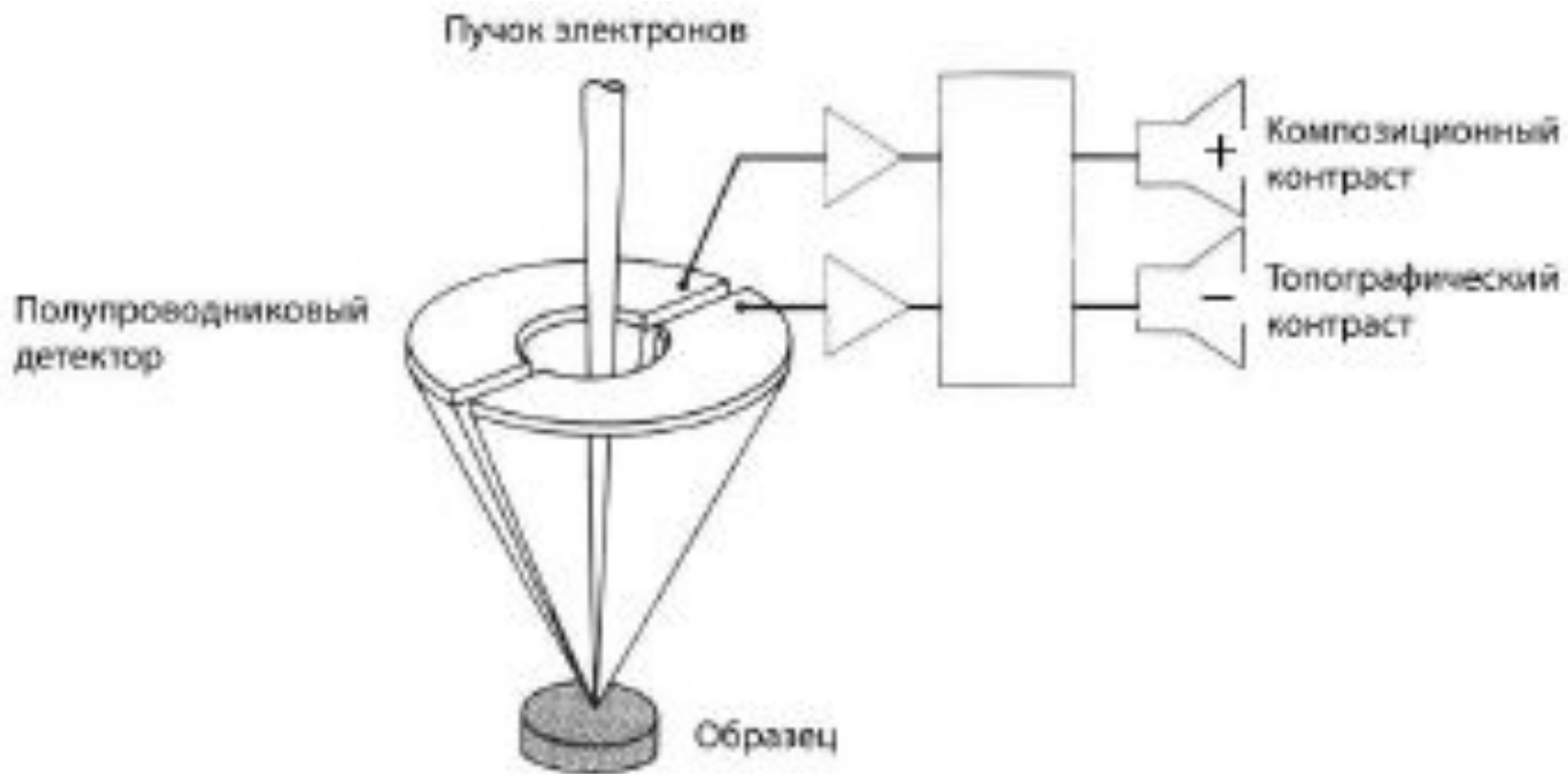
Детектирование сигнала ОЭ в широком телесном угле решается за счет использования твердотельного детектора (диаметром до нескольких см), размещаемого непосредственно над поверхностью образца. Детектор обычно представляет собой кристалл кремния со смещенным p-n переходом. Отраженные электроны попадают на детектор, внося изменения в протекающий ток. Этот сигнал усиливается и выдается на монитор микроскопа в виде пикселей.

Получение контрастного изображения в отраженных электронах вызвано тем, что эмиссия ОЭ связана с зависимостью от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым атомным номером отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют композиционным.

В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, то дополнительно к композиционному можно детектировать топографический контраст.

Таким образом, изображение в режиме отраженных электронов содержит два типа информации: первый отвечает составу исследуемого образца, второй - его топографии.

Для того чтобы разделить эти два типа информации используется парный полупроводниковый детектор, расположенный симметрично относительно оптической оси.



Полупроводниковый детектор отраженных электронов

При сложении сигналов с двух детекторов получается изображение с композиционным контрастом, при вычитании - с топографическим. (Рис.) Изображение в режиме отраженных электронов имеет более низкое разрешение из-за большей глубины их проникновения (глубина выхода) в образец, чем в режиме вторичных электронов.

При этом за счет того, что ОЭ обладают большими энергиями, чем вторичные, они подвергаются меньшему негативному воздействию при зарядке поверхности слабопроводящих образцов.



Принцип формирования композиционного и топографического контраста

Детектор излучения катодолюминесценции.

Количество света, испускаемое мишенью под действием электронов зонда, обычно мало, поэтому для увеличения эффективности сбора световых квантов используют специальные зеркала, изготовленные в виде половины эллипсоида вращения, в один из фокусов которого помещают мишень, а в другой - световод - приемник, уводящий свет за пределы вакуумной камеры микроскопа. Далее свет регистрируется либо интегральным детектором - фотоэлектронным умножителем, либо спектрометром, позволяющем исследовать распределение испущенного образцом света по длинам волн. В зеркале имеется отверстие для пропускания электронного пучка - зонда, направляемого на образец.

Регистрация рентгеновского излучения.

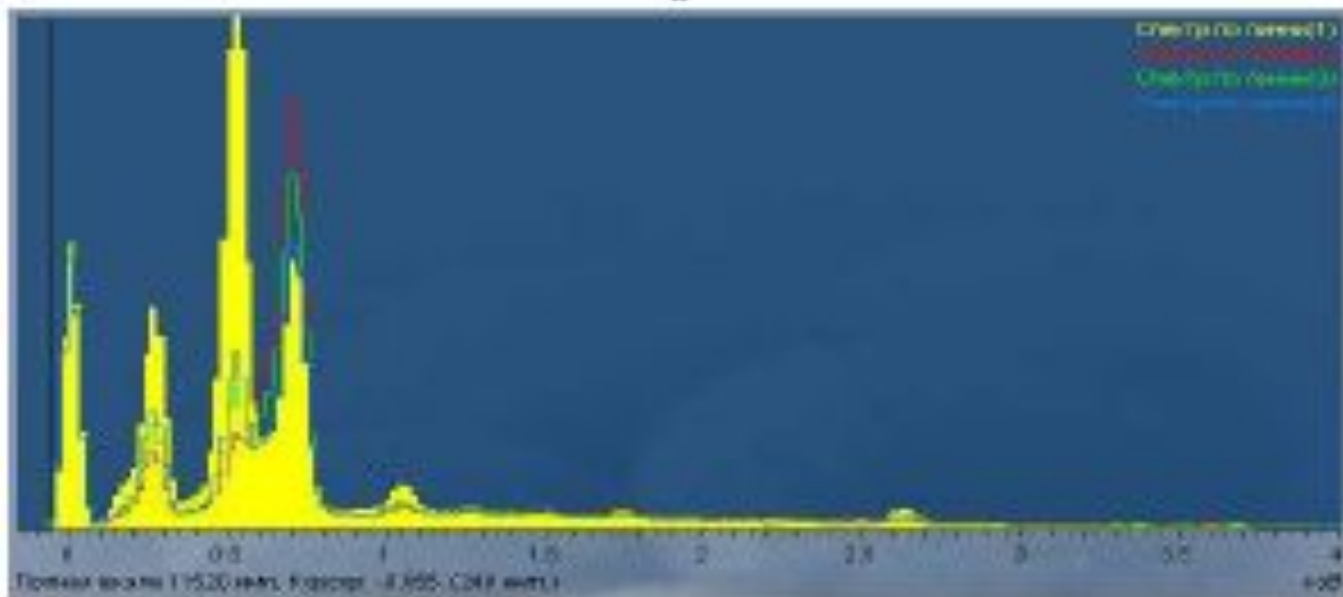
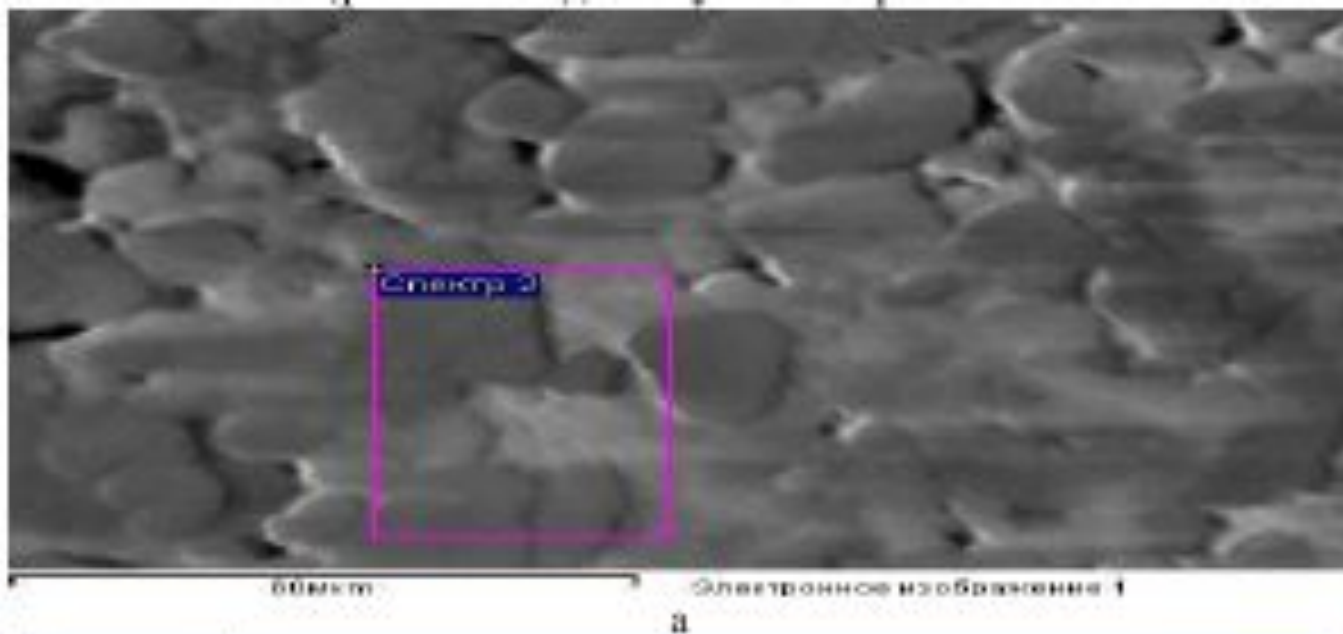
Для регистрации рентгеновского излучения обычно используются два типа систем. Во-первых, применяются кристалл-дифракционные спектрометры с изогнутыми для увеличения светосилы кристаллами-анализаторами. Приемником рентгеновского излучения обычно служит сцинтилляционный детектор. В качестве кристалла-сцинтиллятора обычно используются монокристаллы NaI(Tl) . Во-вторых, применяются энергодисперсионные системы типа полупроводникового детектора на основе Si(Li) p-n-перехода.

Энергодисперсионные детекторы имеют существенно более низкое энергетическое разрешение (100÷150эв) по сравнению с кристалл-дифракционными спектрометрами (меньше 10эв), однако благодаря одновременной регистрации всего спектра без каких-либо перемещений образца и детектора и возможности его быстрой обработки на ЭВМ эти детекторы получили в настоящее время очень широкое распространение.

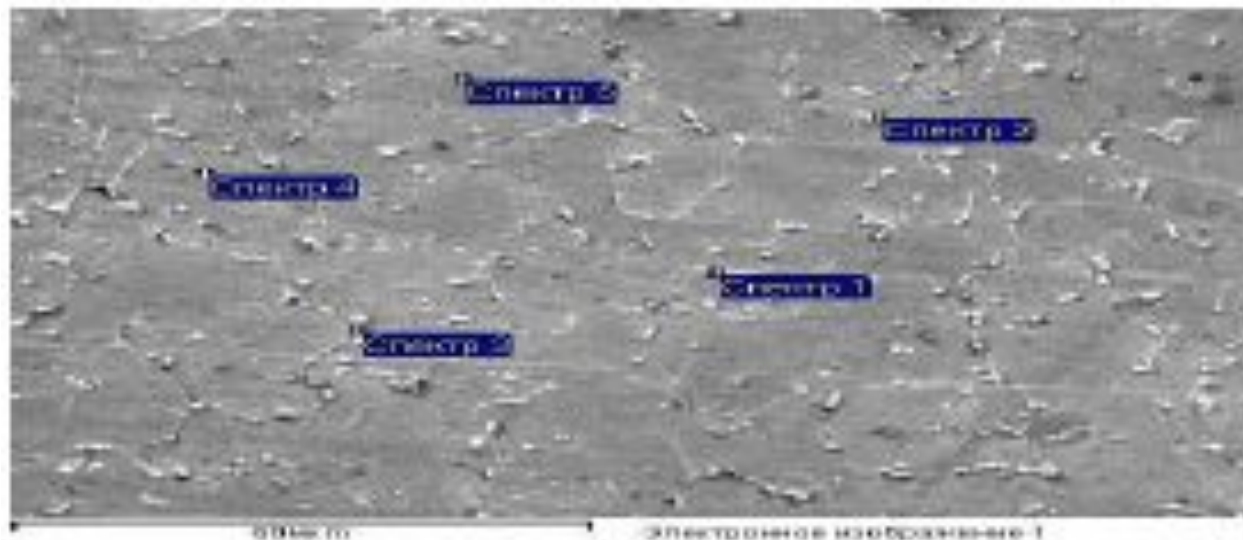
Рентгеновский спектрометр является в РЭМ дополнительным оборудованием, которое может использоваться для получения карты распределения элементов и анализа.

Рентгеноспектральный микроанализ – это одна из наиболее популярных методов количественного и полуколичественного неразрушающего элементного анализа. Данный метод основан на детектировании характеристического рентгеновского излучения, генерируемого в зоне взаимодействия первичного пучка ускоренных электронов с образцом.

Рентгеноспектральный микроанализ осуществляется с помощью спектрометра с дисперсией по энергии рентгеновских квантов. Энергетический спектрометр позволяет выполнять качественный и количественный (по списку элементов) рентгеновские микроанализы с выбором анализируемой области или точки; получать и распечатывать цифровые изображения; редактировать названия пиков; получать карты распределений элементов по площади и профили вдоль линии; составлять отчеты и экспортировать в форматах HTML.



Пример представления результатов качественного рентгеноспектрального микроанализа: а- электронно-микроскопический снимок, квадратом на рисунке обозначено место набора рентгеновского спектра; б- рентгеновский спектр

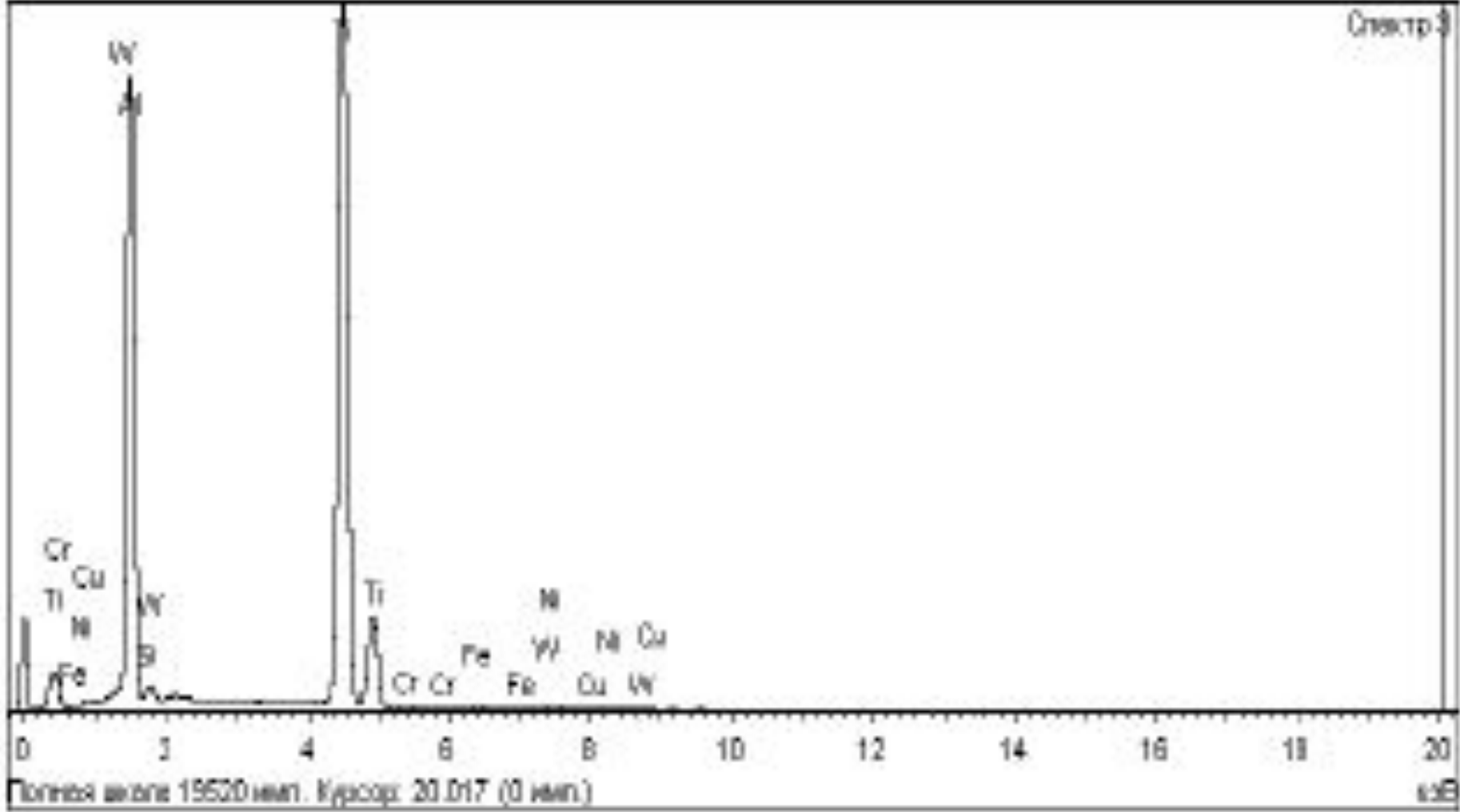


а

Спектр	C	O	V	Cr	Mn	Fe	Итого
Спектр 1	4.60			13.40		81.99	100.00
Спектр 2	5.01	12.09		24.02		58.88	100.00
Спектр 3	11.56	4.76	0.75	5.67	1.16	76.10	100.00
Спектр 4	2.32			11.08		86.60	100.00
Спектр 5	3.59	2.72		0.46		93.23	100.00

б

Пример представления результатов количественного рентгеноспектрального микроанализа (распределение весового содержания химических элементов): а- электронно-микроскопический снимок, точками на рисунке обозначены места набора рентгеновских спектров; б- представление результатов в табличном виде



Типичный спектр рентгеновского микроанализа с указанием обнаруженных элементов, полученный с помощью кремнедрейфового детектора марки INCA x-act производства фирмы Oxford Instruments

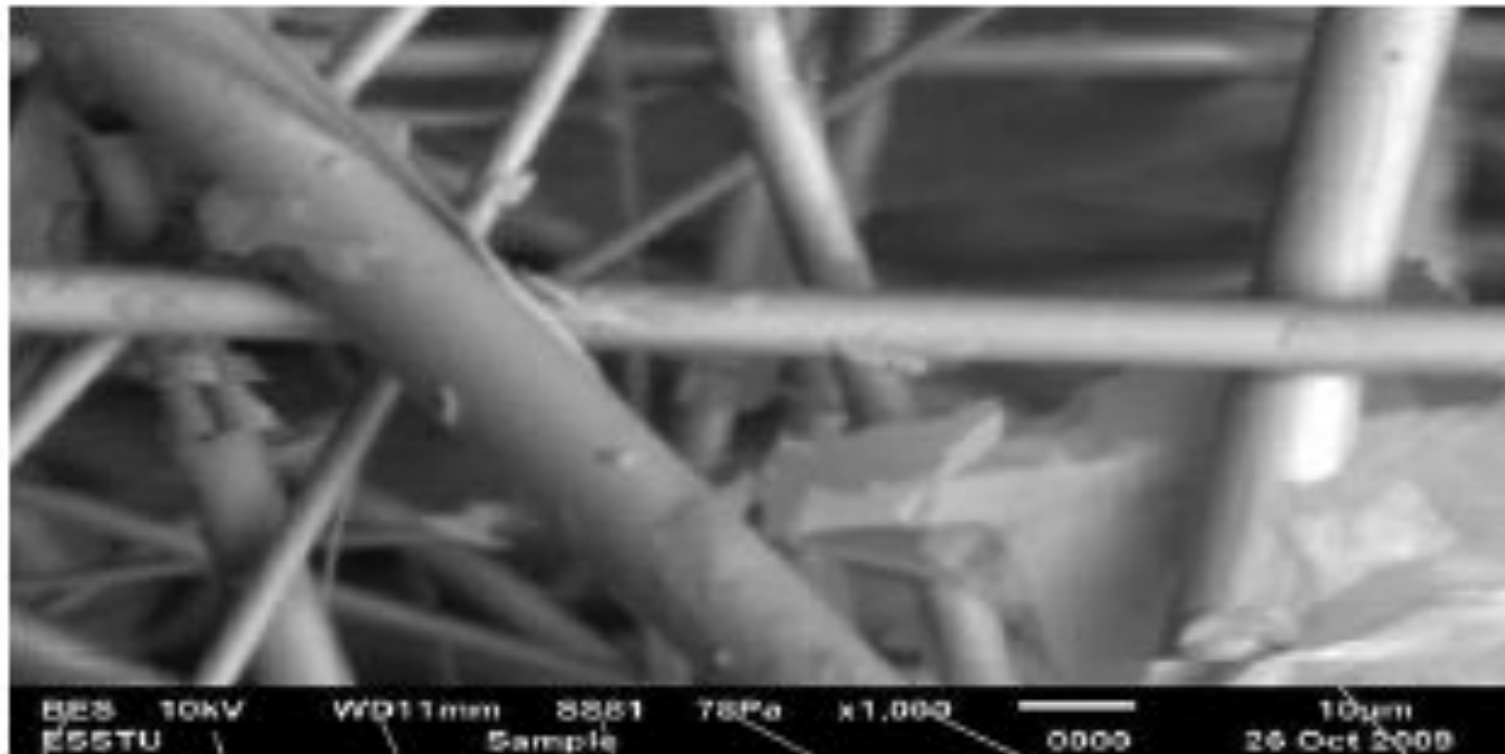
Энергетический спектрометр анализирует и отображает сразу весь найденный спектр и поэтому имеет более высокую скорость набора рентгеновского спектра и удобен для экспресс-анализа. Для достижения максимальной точности результатов измерения интенсивности рентгеновского излучения следует проводить анализ по точкам.

Рентгеноспектральный микроанализ позволяет определить химический состав образца во всем интервале концентраций от 0,1 до 100% с точностью $\pm 2\%$.

Формирование изображения в РЭМ

Важнейшие параметры РЭМ (рис.), необходимые для создания изображения и анализа содержащейся в изображении информации, это ускоряющее напряжение, рабочее расстояние (WD), зондовый ток ($SpOSize$) и размер диафрагмы. Данные параметры определяются свойствами образца и задачей исследования.

Основные
параметры для
создания
изображения



режим детектора ускоряющее напряжение рабочее расстояние зондовый ток давление в рабочей камере увеличение область сканир-я

Ускоряющее напряжение. Ускоряющее напряжение между катодом и анодом задает энергию первичных (или падающих) электронов, сканирующих поверхность образца. От энергии первичных электронов и плотности исследуемого материала зависит глубина проникновения электронов в материал. Чем выше энергия первичных электронов и ниже плотность материала (меньше порядковый (атомный) номер в таблице Менделеева), тем больше глубина проникновения в него электронов. В результате этого изображение определяется не только поверхностью образца, но и структурами, лежащими на некотором расстоянии под поверхностью. Поэтому чаще всего работают с ускоряющим напряжением от 10 до 25кВ. Для достижения высокого разрешения используют низкие ускоряющие напряжения, при которых уменьшается область генерации полезного сигнала.

Рабочее расстояние (WD). Рабочее (фокусное) расстояние определяется как расстояние между сфокусированной поверхностью образца и краем объективной линзы. Оно является определяющим для получаемого разрешения, соотношения сигнал/шум, глубины резкости и получаемого обзорное увеличение. Ориентировочное значение рабочего расстояния для стандартного применения около 10мм.

Размер диафрагмы. Размер диафрагмы определяет, главным образом глубину резкости и соотношение сигнал/шум.

Зондовый ток (SS). Зондовый ток или ток падающего пучка электронов (суммарный заряд, переносимый электронным пучком через его поперечное сечение в единицу времени), определяет диаметр луча, который оказывает решающее влияние на получаемое разрешение и на соотношение сигнал/шум изображения. Если зондовый ток уменьшается, то также уменьшается и диаметр луча, в результате чего в центре пятна будет меньше первичных электронов, и вместе с тем ослабевают вторичные процессы, которые обнаруживает детектор. Вследствие этого ухудшается соотношение сигнал/шум, но увеличивается разрешение, которое зависит непосредственно от диаметра луча.

Увеличение. Диапазон регулировки увеличения от 45 до 4300000. Увеличение растрового изображения равно отношению размера изображения на экране монитора к размеру раstra.

Увеличение можно повышать, уменьшая величину раstra на поверхности образца. В табл. приведена зависимость величины раstra (сканируемая область) от увеличения. При исследовании объекта необходимо, использовать комбинацию изображений, полученных как при низком, так и при высоком увеличении, а для достижения надежности описания объекта надо изучить достаточное число участков объекта.

Сканируемая область в зависимости от увеличения

Увеличение	Область сканирования на образце
x 10	1 см ²
x 100	1 мм ²
x 1000	100 мкм ²
x 10000	10 мкм ²
x 100000	1 мкм ²

Режимы высокого и низкого давления

Для давления в рабочей камере электронного микроскопа применяют следующие условные разделение режимов работы:

HV- high vacuum- высокий вакуум;

VP - variable pressure- переменное давление или низкое давление. Низковакуумный режим работы позволяет исследовать образцы без напыления токопроводящим слоем, в том числе биологические и полимерные материалы, стекла, нефтематеринские породы и т.д.

Типы растровых электронных микроскопов

Растровый электронный
микроскоп с цветовым
контрастом.

С учетом особенности
восприятия информации
человеческим глазом
разработаны растровые
микроскопы с цветовым
контрастом, который
создается за счет
смешивания цветов от
электронов разных энергий
или различных видов
излучений (электронное +
рентгеновское и т.п.).

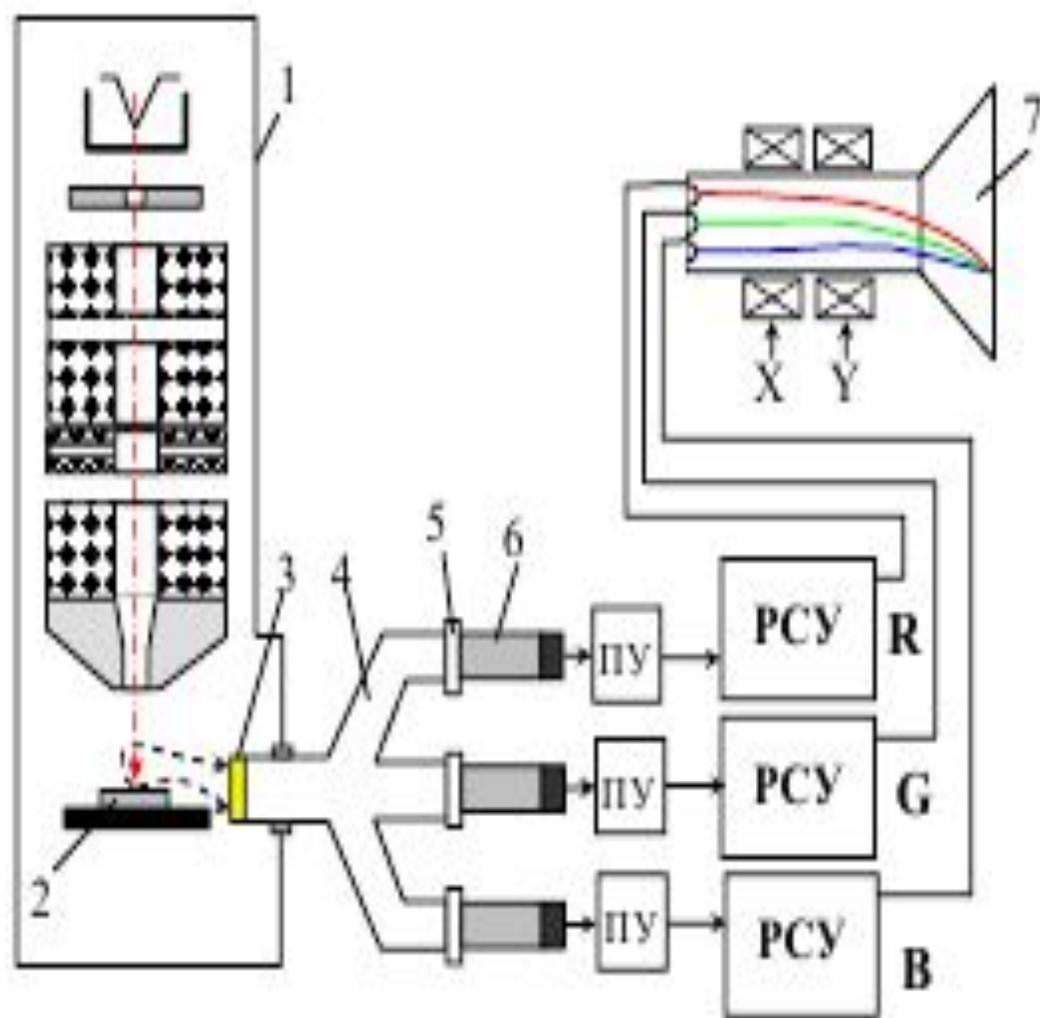


Схема РЭМ с цветным RGB-контрастом: 1 - оптическая колонна, 2 - исследуемый образец, 3 - сцинтиллятор, 4 - световод, 5 - фильтр, 6 - ФЭУ, 7 - монитор

Зеркальный растровый электронный микроскоп.

При изучении свойств материалов иногда требуется повысить чувствительность к рельефу и распределению потенциалов на поверхности. Для этих целей применяются зеркальные микроскопы.

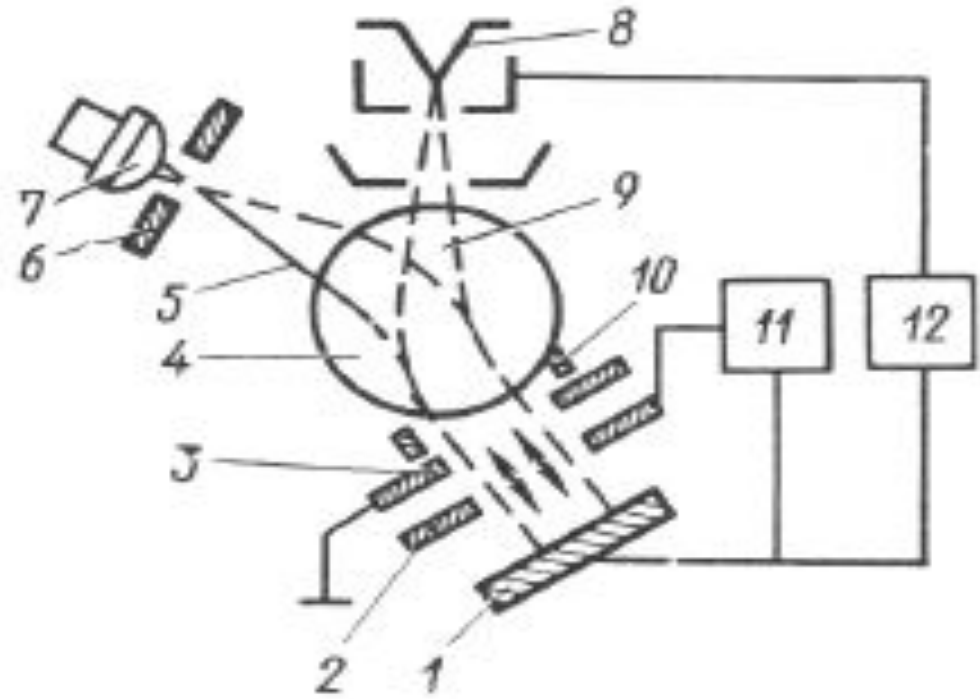


Схема зеркального растрового микроскопа: 1 - образец, 2 - модулятор иммерсионного объектива, 3 - анод иммерсионного объектива, 4 - магнитная призма, 5 - отраженный пучок, 6 - диафрагма, 7 - сцинтиллятор, 8 - электронная пушка, 9 - зондоформирующая линза, 10 - корректирующие катушки, 11 - блок высокого напряжения, 12 - источник напряжения смещения

Низковольтный растровый электронный микроскоп.

Для уменьшения радиационного воздействия первичного пучка электронов на поверхность материалов применяют низковольтные растровые электронные микроскопы.

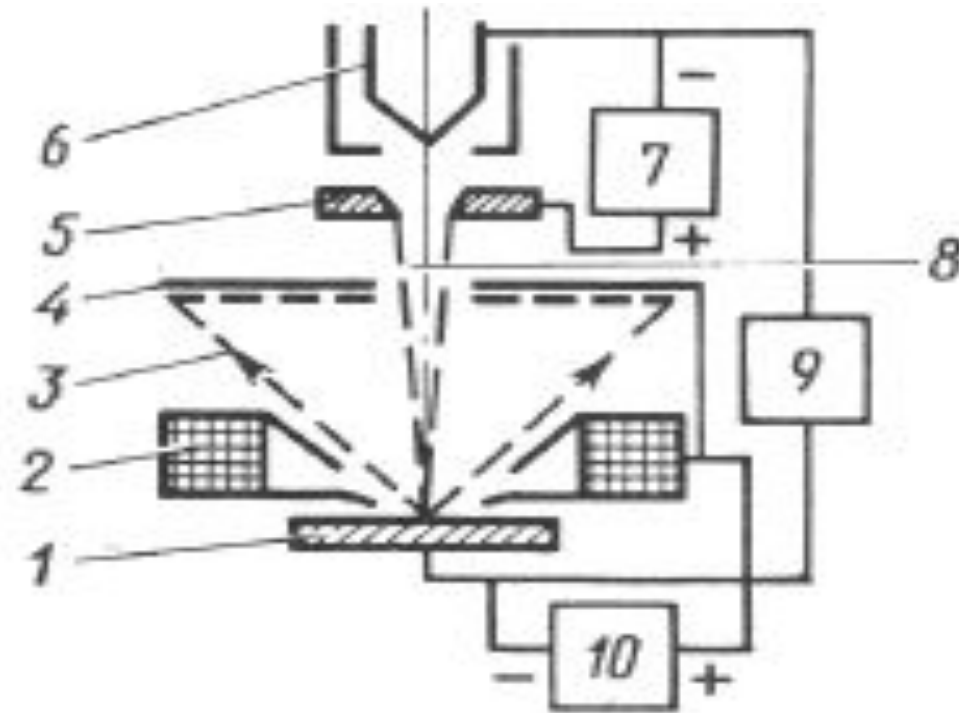


Схема низковольтного растрового электронного микроскопа: 1 - исследуемый образец, 2 - магнитная линза с отклоняющими катушками, 3 - пучок рассеянных электронов, 4 - люминесцентный экран, 5 - анод, 6 - электронная пушка, 7 - источник ускоряющего напряжения, 8 - первичный пучок, 9 - источник напряжения смещения, 10 - источник ускоряющего напряжения отраженных электронов

Пробоподготовка в РЭМ

- Поверхность образца должна быть электропроводящей. Поэтому, если образец диэлектрик, то на его поверхность напыляют слой углерода или золота (в современных версиях приборов это необязательно).
- Образец должен быть устойчив в вакууме и выдерживать электронный удар
- Если образец в виде порошка, то его прессуют в таблетку. Затем оной смолой и полируют поверхность.



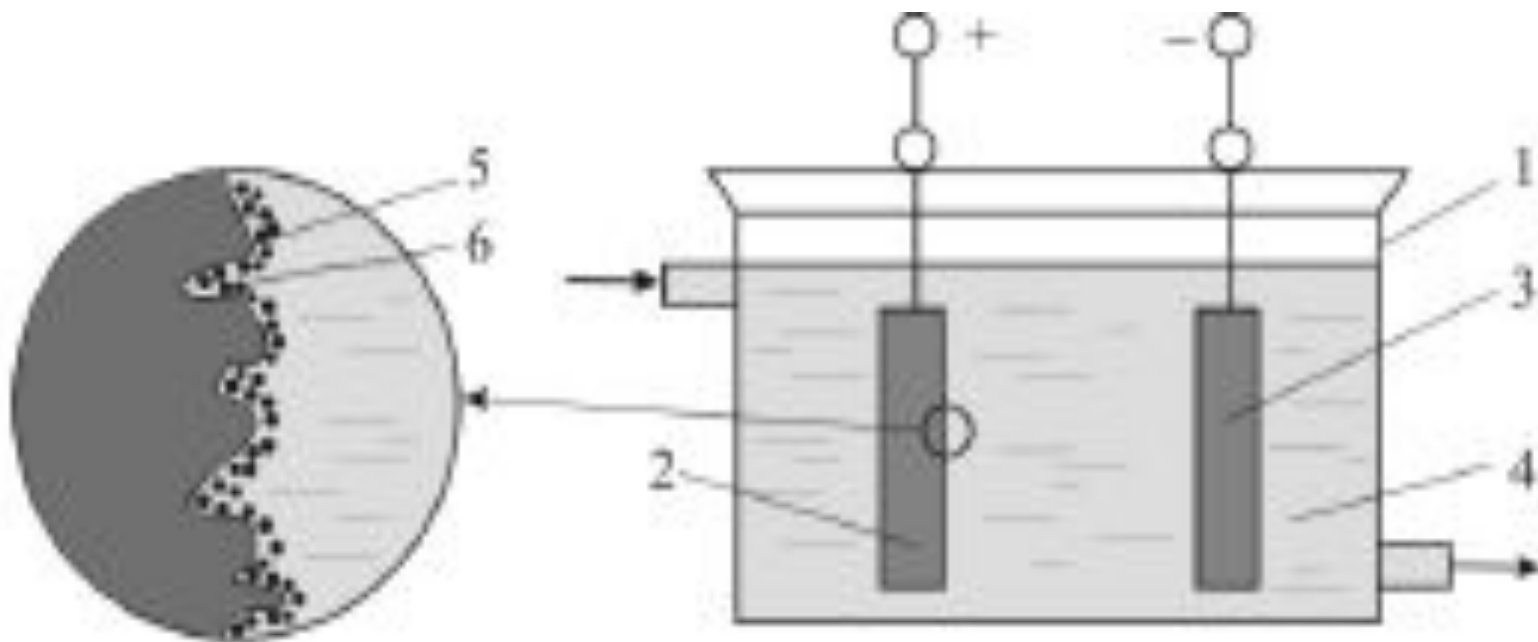
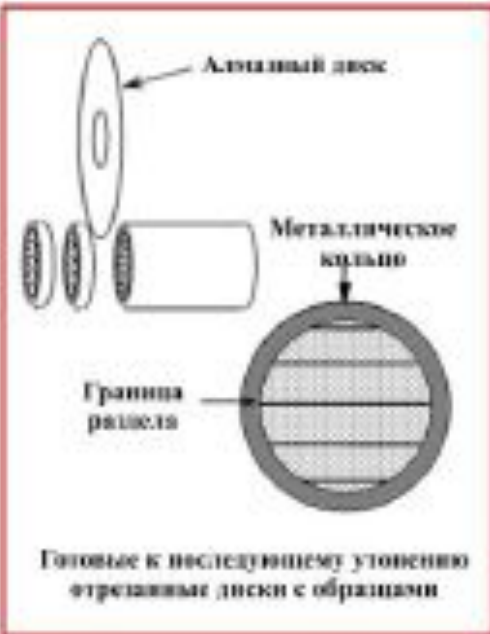


Схема электрохимического полирования:
 1 - ванна; 2 - обрабатываемая заготовка;
 3 - пластина-катод;
 4 - электролит; 5 - микровыступ;
 6 - продукты анодного растворения







Методы изготовления образцов в поперечном сечении:

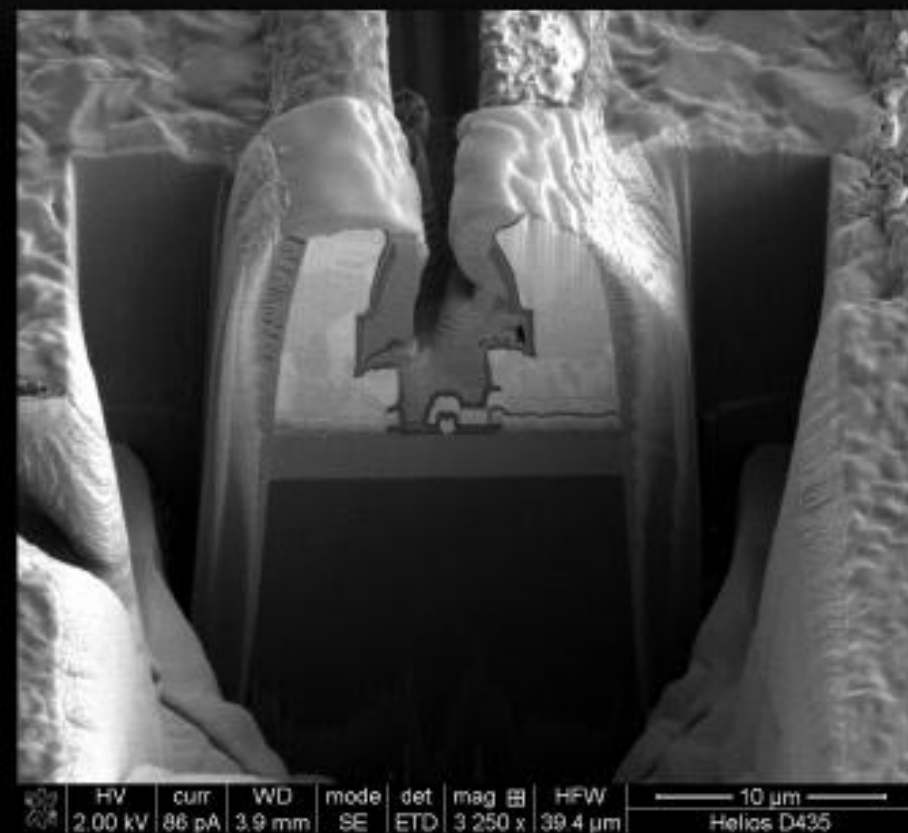
а - с использованием трубки;

б - с использованием шайбы

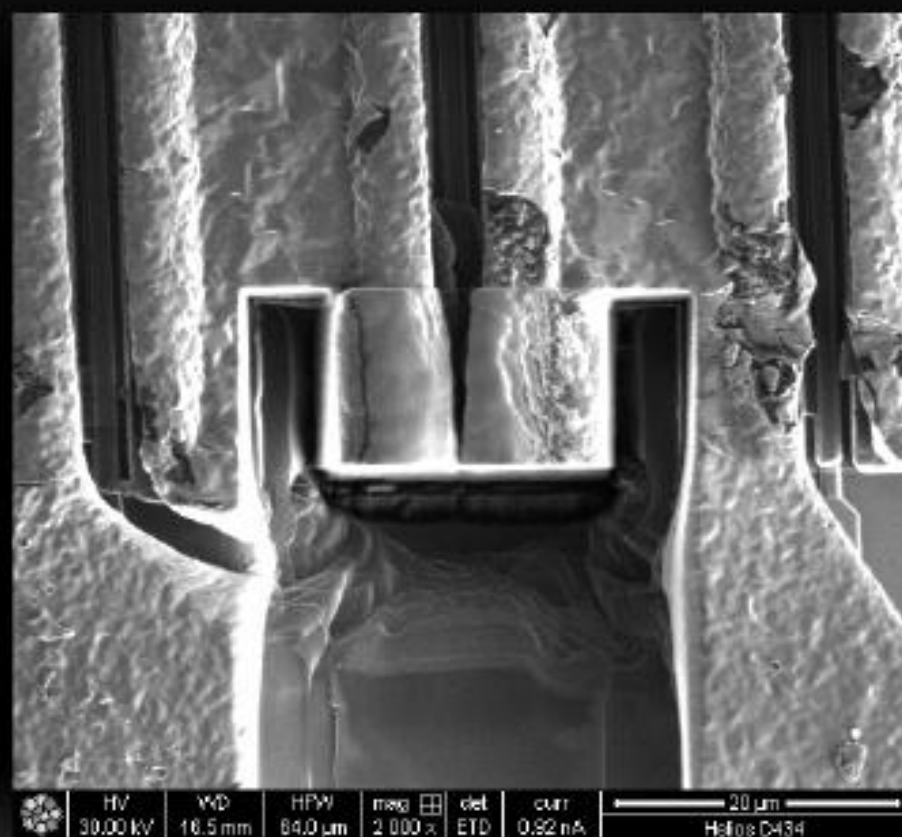
Фиксирование волокон в эпоксидной смоле



КРАТЕР ИОННОГО ТРАВЛЕНИЯ

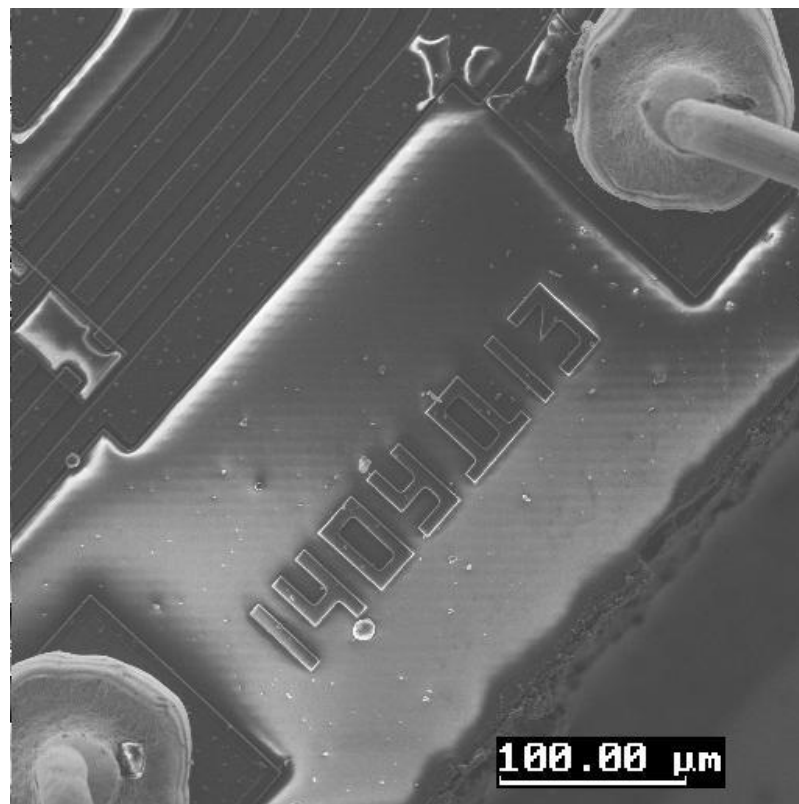
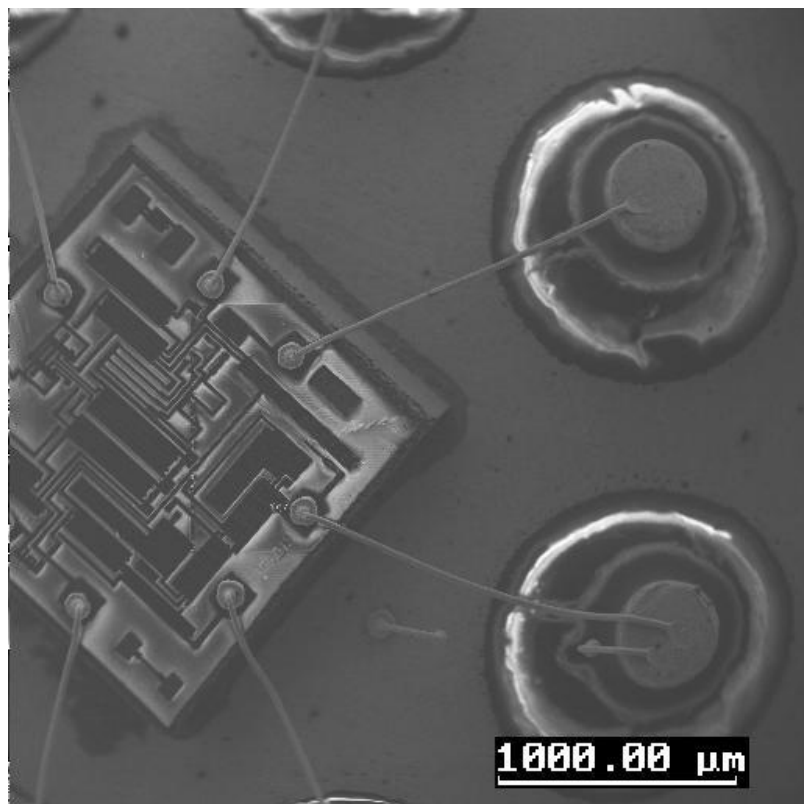


РЭМ изображение, полученное во вторичных электронах.

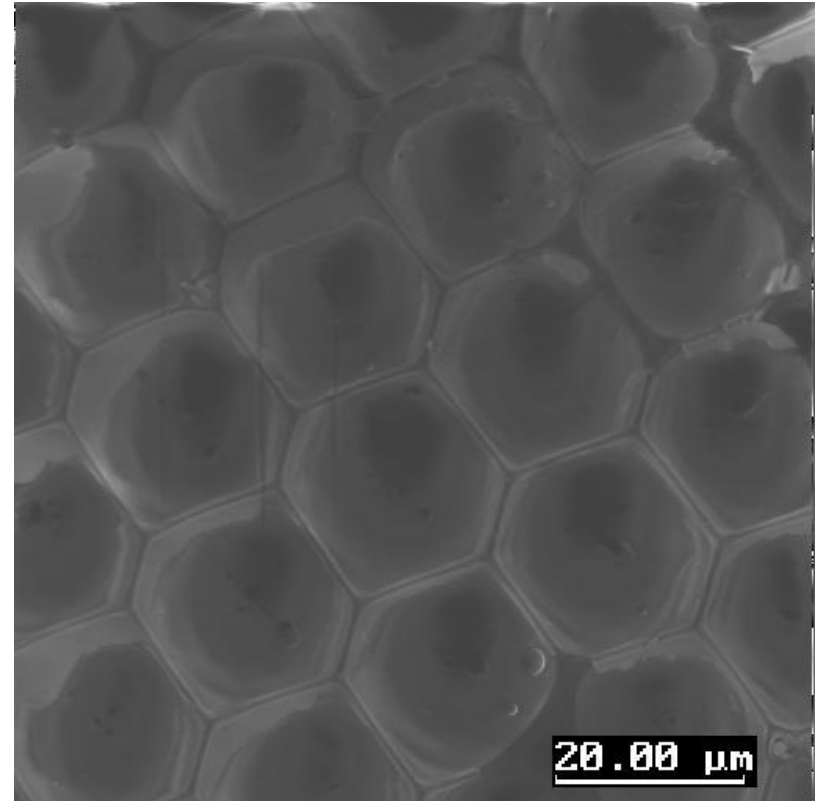
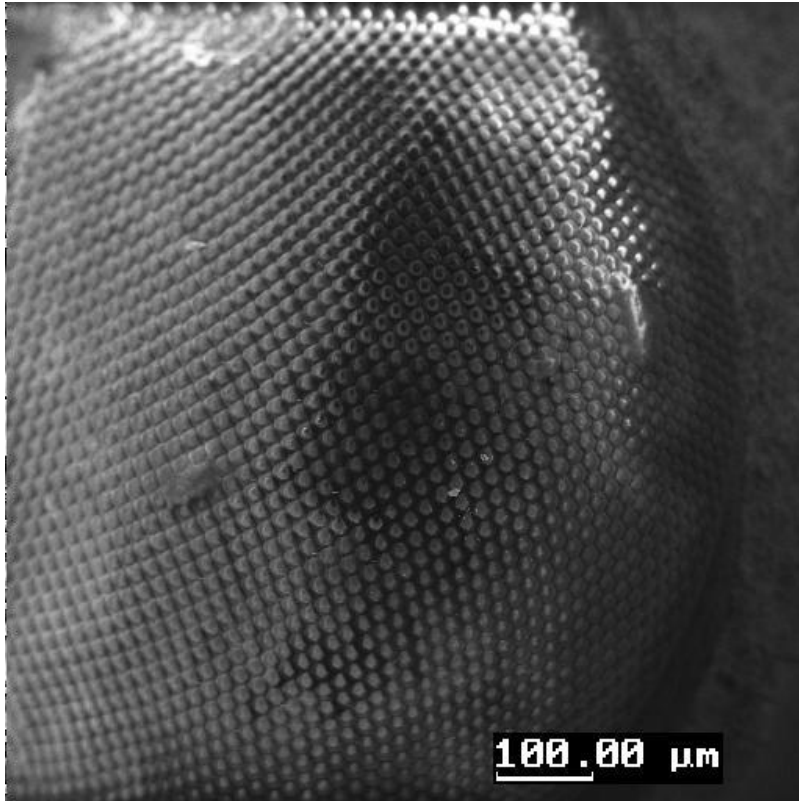


Изображение, полученное во вторичных ионах.

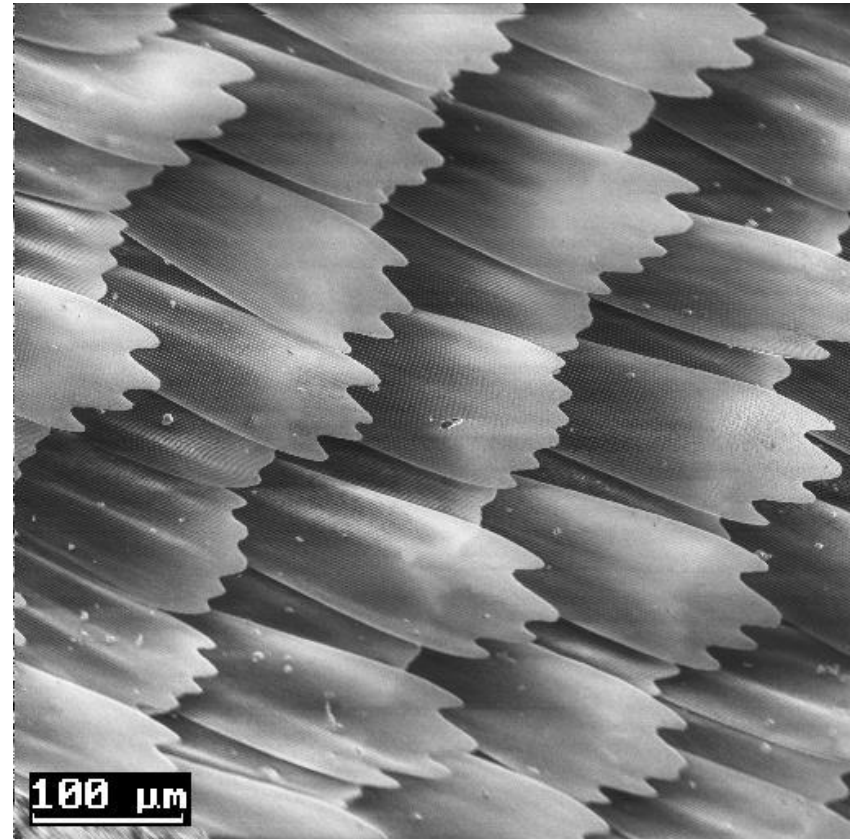
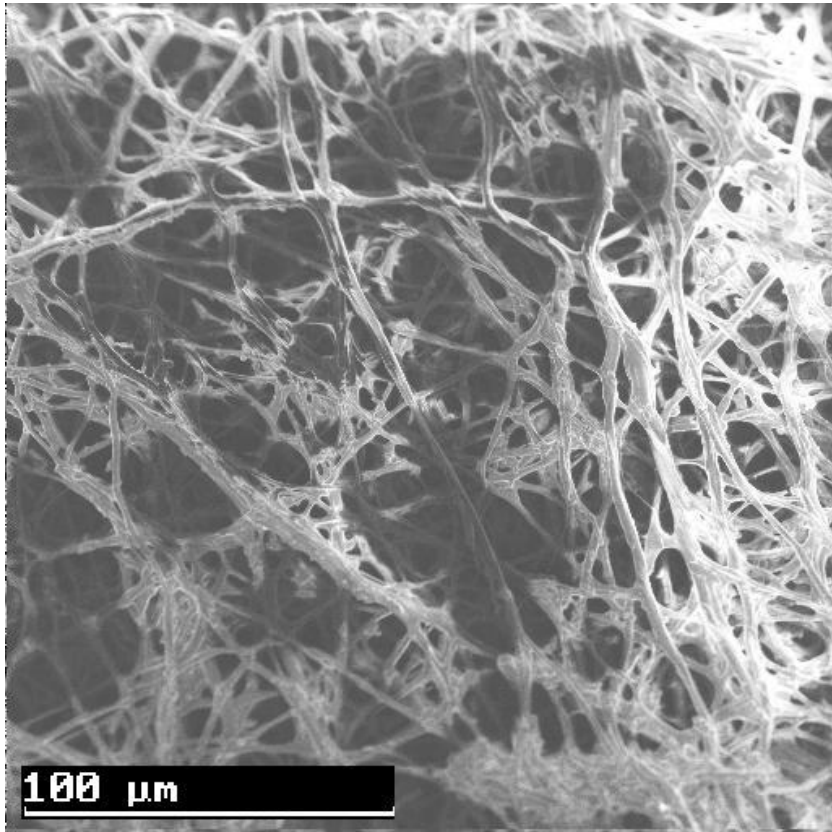
Операционный усилитель

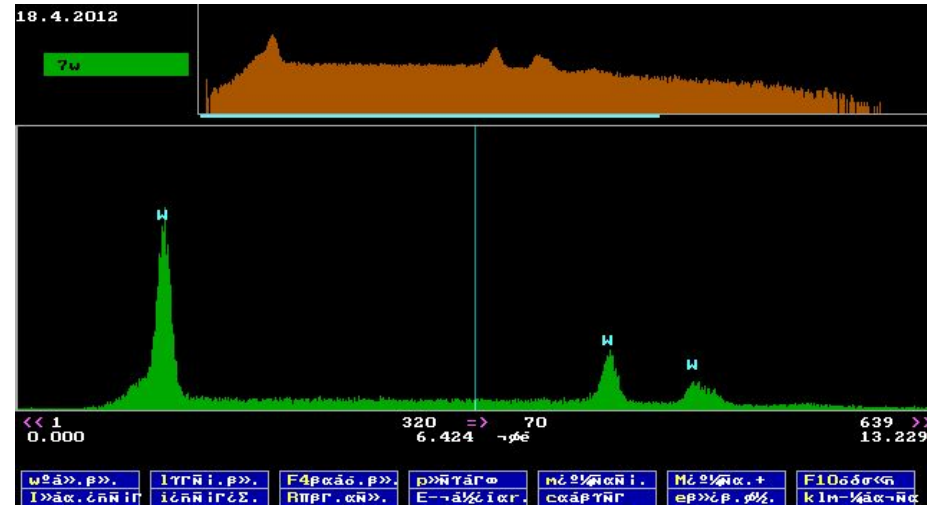
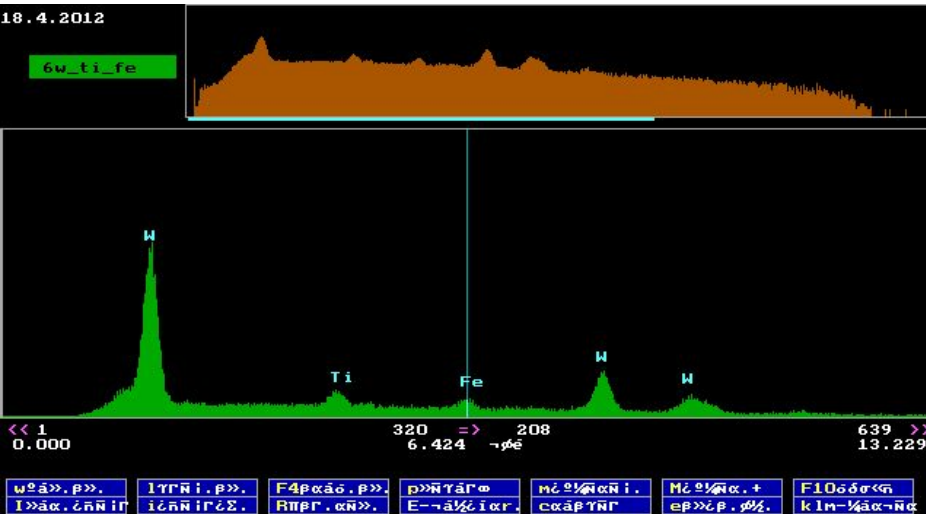
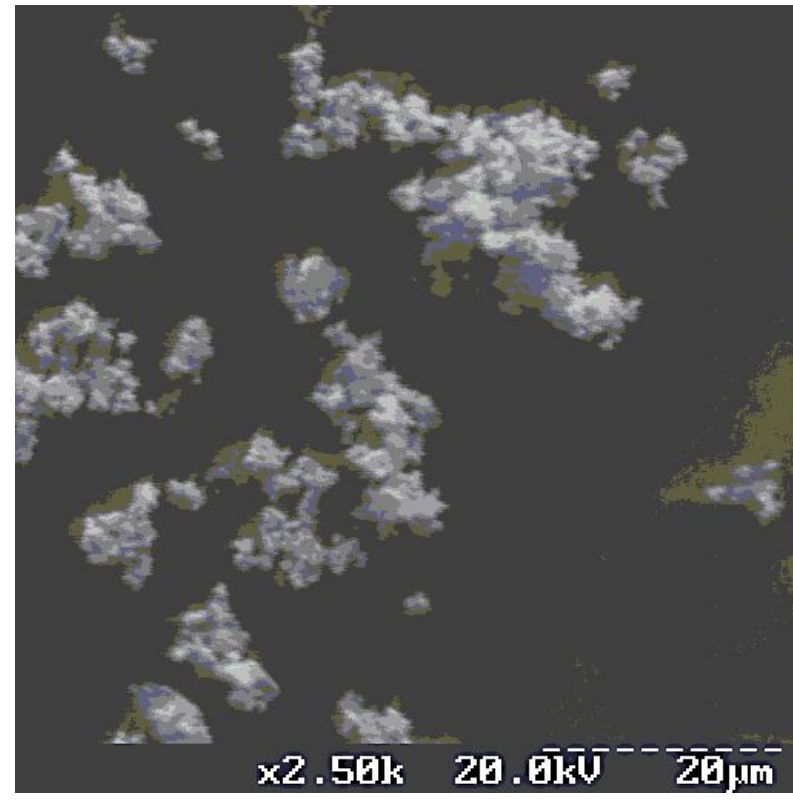
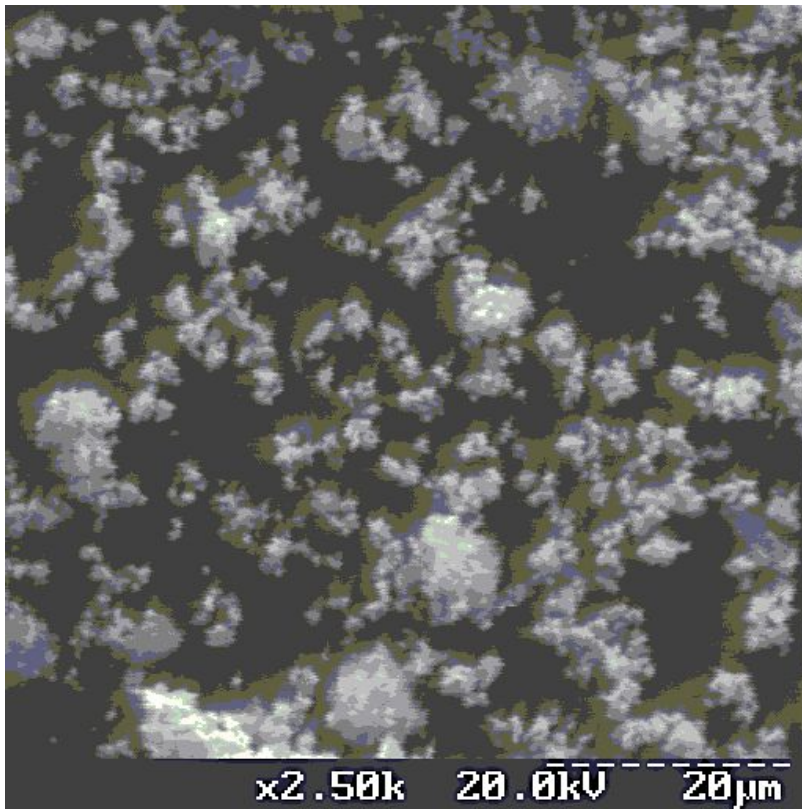


Глаз мухи



Яичная скорлупа и крыло бабочки





Основные мировые производители электронных микроскопов

DeLong Group

FEI Company — США (слилась с Philips Electron Optics)

FOCUS GmbH — Германия

Hitachi — Япония

Nion Company — США

JEOL — Япония (Japan Electro Optics Laboratory)

Teskan s.r.o. — Чехия

Carl Zeiss NTS GmbH — Германия