



МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования

«Казанский национальный исследовательский технологический университет»

Аналитический исследовательский центр

Основы растровой электронной микроскопии

Методические указания к лабораторной работе

Казань 2021

УДК 532.137

Составитель: А. Е. Денисов

Основы растровой электронной микроскопии. Методические указания к лабораторной работе: Метод. указания /Казан. нац. иссл. технол. ун-т; Сост.: А. Е. Денисов. Казань, 2021. 29 с.

Цель настоящего методического указания дать более полное представление об одном из классических методов исследования морфологии и топологии поверхности на примере их изучения с помощью Оже-электронного спектрометра JAMP-9500F.

Методическое указание предназначено для студентов, магистров, аспирантов ФГБОУ ВО «КНИТУ».

СОДЕРЖАНИЕ

1. Теоретические основы растровой электронной микроскопии	4
1.1. Введение	4
1.2. Источник электронов	8
1.3. Электронно-оптическая система	9
1.4. Взаимодействие электронов с веществом	13
1.5. Детекторы	17
2. Рекомендации по получению изображения	20
3. Контрольные вопросы	24
4. Лабораторная работа №1	25
4.1. Цель работы	25
4.2. Задачи	25
4.3. Практические рекомендации по получению изображения	26
4.4. Задание	28
5. Список литературы	29

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

1.1. Введение

Микроскоп – это прибор для получения увеличенных изображений и измерения линейных размеров объектов или деталей их структуры, невидимых или плохо видимых невооружённым глазом.

Совокупность технологий и методов практического использования микроскопов называют *микроскопией*.

Первой отличительной особенностью любого микроскопа является представление информации об объекте в форме *изображения*. Под изображением понимается графическое представление массива данных, описывающего определенный признак объекта (как правило, морфологический) в зависимости от координат в плоскости. При воспроизведении изображения в современных приборах используются цифровые средства отображения, изображение разбивается на точки (pixel), каждая из которых имеет свои координаты в плоскости (X и Y) (рис.1). В самом простом случае каждой точке приписывается величина яркости, которая, как правило, пропорциональна величине сигнала, регистрируемого при исследовании образца. Например, в случае оптической (световой) микроскопии, таким сигналом является интенсивность света отраженного образцом или прошедшего через образец. В любом случае регистрируемый сигнал является результатом первичного воздействия на объект исследования (светом, электронами и т.д.)

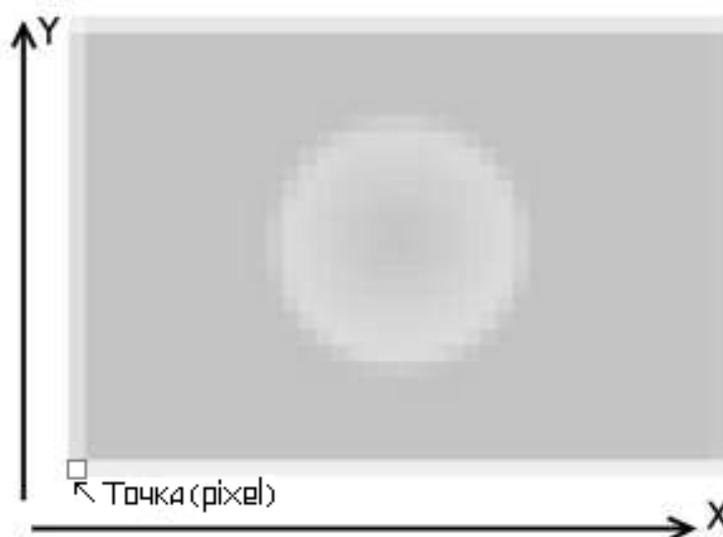


Рис. 1. Представление данных в форме двумерного изображения.

Существует два способа накопления массива данных для построения изображения: параллельный и последовательный. Параллельный способ подразумевает одновременное воздействие на все точки объекта исследования с последующей регистрацией сигнала координатно-чувствительным детектором (матрицей детекторов). В случае же последовательного способа регистрации воздействие на точки объекта осуществляется поочередно, путем сканирования, а сигнал регистрируется одним детектором. Именно второй способ построения изображения используется в растровом электронном микроскопе (РЭМ).

Второй отличительной особенностью микроскопа является получение увеличенного изображения объекта исследования. Под **увеличением** понимается отношение расстояния между изображениями двух точек на изображении объекта к расстоянию между этими точками на объекте.

Увеличением M (Magnification) в РЭМ называется отношение размера изображения на устройстве отображения (фото-устройство, монитор и т. д.) к размеру области сканирования на исследуемом объекте (рис. 2). Размер изображения ограничен размерами устройства отображения, следовательно, для изменения увеличения необходимо изменять размеры области сканирования. Чем меньше область сканирования, тем больше увеличение.

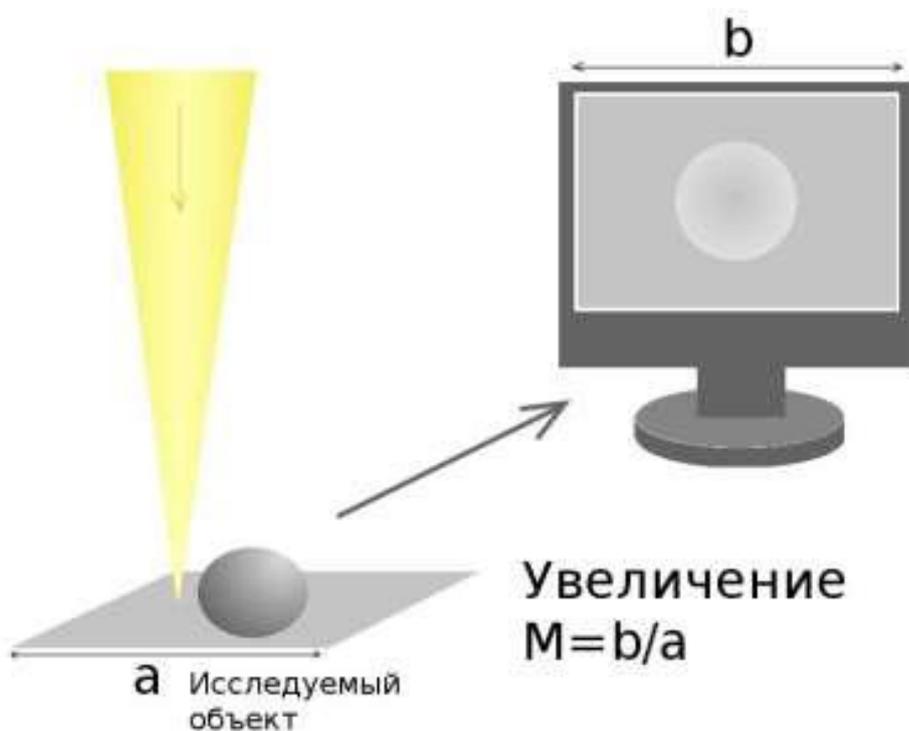


Рис. 2. Увеличение

Основной характеристикой микроскопа является *разрешение*. Под физическим разрешением микроскопа подразумевается минимальное расстояние между двумя объектами, при котором они различимы на изображении. Если расстояние между объектами меньше, чем разрешение микроскопа, то объекты сливаются в один (рис.3).

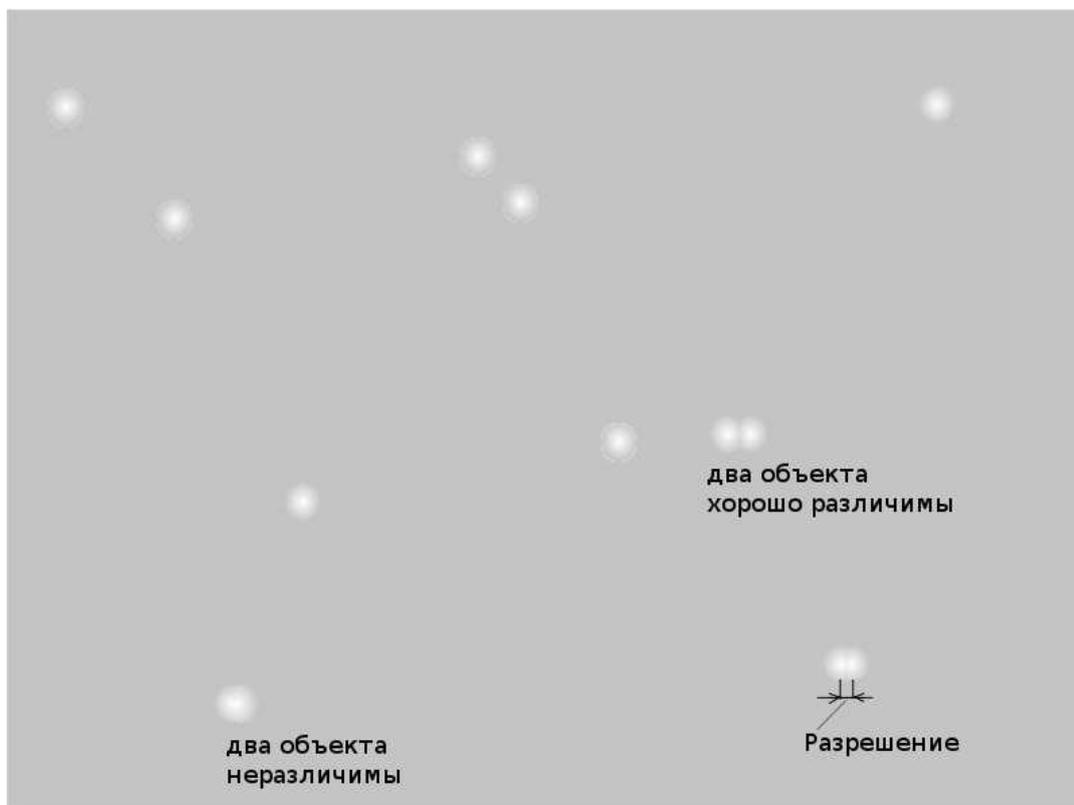


Рис. 3. Определение разрешения на изображении.

Для получения высокого разрешения необходимо минимизировать диаметр электронного пучка, т. е. сфокусировать пучок. При этом конечное разрешение микроскопа определяется не только диаметром первичного пучка, но и размерами области его взаимодействия с объектом.

Таким образом, *растровый электронный микроскоп* – это прибор для получения увеличенного изображения объекта путем сканирования по поверхности объекта сфокусированным пучком электронов и регистрации детекторами вторичных частиц и излучений, возникающих в результате взаимодействия первичных электронов с веществом образца.

Необходимым условием для работы микроскопа является вакуум в аналитической камере, т. к. длина свободного пробега электрона в воздухе всего около 1 мкм, и он не сможет преодолеть расстояние от катода до образца при атмосферном давлении.

Функциональная схема простого растрового электронного микроскопа приведена на Рис.4. и включает в себя:

- источник электронов (эмиттер, катодный узел, электронная пушка);
- электронно-оптическую систему (ЭОС) для фокусировки первичного пучка электронов и управления сканированием, в том числе: конденсорная и объективная линзы, система отклонения, стигматоры, корректоры, диафрагмы и т. д.;
- аналитическую камеру с образцом;
- детекторы для регистрации вторичного сигнала;
- систему управления и сбора данных;
- систему откачки для создания вакуума в аналитической камере.

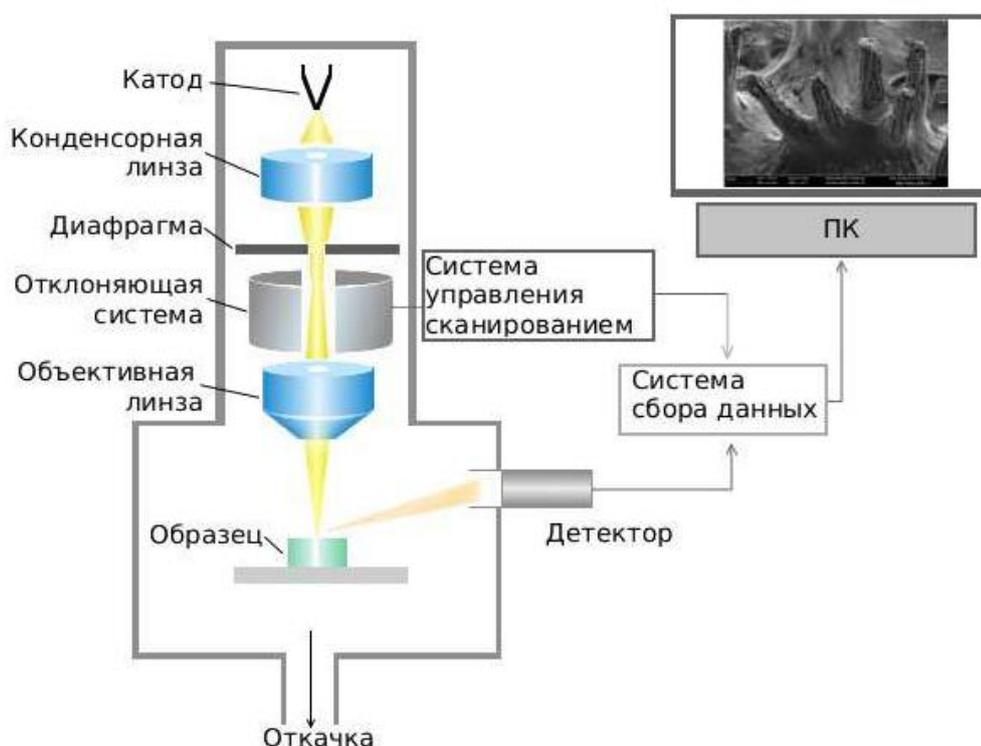


Рис. 4. Принципиальная схема СЭМ.

Электроны, эмитируемые катодом, ускоряются в направлении образца электрическим полем, и, проходя через систему электронной оптики, фокусируются на поверхности объекта. В процессе сканирования первичным пучком по поверхности образца происходит эмиссия вторичных частиц, которые регистрируются соответствующими детекторами. Таким образом в систему сбора данных поступает информация о координатах пучка на поверхности образца и величине сигнала с детектора. При формировании изображения, каждой точке образца приписывается яркость, пропорциональная величине сигнала детектора в момент, когда пучок находился в этой точке.

1.2. Источник электронов

В основе работы источника электронов лежит явление эмиссии (испускания) электронов материалами в вакууме при высокой температуре или в сильном электрическом поле. Явление испускания электронов при нагреве носит название *термоэлектронной эмиссии*. Явление испускания электронов в сильном электрическом поле носит название *автоэлектронной (полевой) эмиссии*.

Плотность тока эмиссии *термоэмиссионного* источника из чистого металла описывается уравнением Ричардсона-Дешмана:

$$j_{mэ} = A_{mэ} T^2 \exp(-e\phi/kT) = A_{mэ} T^2 \exp(-11600\phi/T), \text{ где:}$$

$j_{mэ}$ – плотность тока термоэлектронной эмиссии, А/м²;

$A_{mэ}$ – термоэлектрическая постоянная, $\approx 1.2 \times 10^6$ А/(м²·К²);

T – температура металла, К;

ϕ – работа выхода электрона, В;

k – постоянная Больцмана, $\approx 1.38 \times 10^{-23}$ Дж/К.

Из выражения видно, что ток эмиссии определяется температурой и ее повышением можно добиться большей плотности тока. Однако при повышении температуры увеличивается скорость испарения материала катода, что уменьшает срок его службы. На практике обычно выбирается некий оптимум, позволяющий получить достаточный ток эмиссии при разумном сроке службы.

Плотность тока, испускаемого *автоэмиссионным (полевым)* источником, определяется законом Фаулера-Нордгейма:

$$j_{aэ} = aE^2 \exp(-b\phi^{3/2}/E), \text{ где:}$$

$j_{aэ}$ – плотность тока автоэлектронной эмиссии, А/м²;

a и b – функции, зависящие от геометрии катодного узла и работы выхода материала;

E – напряженность электрического поля, В/м;

ϕ – работа выхода электрона, В.

Это основная формула теории автоэлектронной эмиссии. Она выводится из рассмотрения туннельного эффекта при прохождении электрона через потенциальный барьер на границе металл-вакуум, на которую наложено перпендикулярное границе электрическое поле.

На практике также используются *термополевые* катоды, в которых одновременно с приложением сильного электрического поля используется нагрев. При повышении температуры плотность тока автоэмиссии увеличивается, причем приращение пропорционально квадрату температуры.

1.3. Электронно-оптическая система

Электронно-оптическая система (колонна), как правило, состоит из:

- конденсорной линзы;
- диафрагмы;
- отклоняющей системы;
- объективной линзы.

В современных электронно-оптических колоннах используется система из нескольких конденсорных линз и отклоняющих систем, а также устройства для компенсации астигматизма (стигматоры) и юстировки пучка относительно оптической оси колонны (корректоры).

В основе работы всех элементов электронной оптики лежит изменение траектории электронов под действием электрического или магнитного поля. В отличие от стеклянных линз для видимого света, линзы для электронов представляют собой системы из электродов, к которым приложено напряжение, или катушек, по которым течет ток. Изменяя величину напряжения или тока можно изменить фокусное расстояние (оптическую силу) линзы. Именно этот эффект используется при фокусировке электронного пучка на поверхности образца.

Магнитная линза (рис.5.) представляет собой аксиально-симметричную катушку с сердечником, в котором есть зазор. Выступ сердечника с зазором обычно называется полюсным наконечником.

В зазоре присутствует аксиальная и радиальная составляющая магнитного поля, причем радиальная составляющая меняет знак при прохождении через центр зазора. Сила, действующая на электроны в магнитном поле:

$$F = -e[v \times B], \text{ где } v - \text{ скорость электрона, } B - \text{ индукция магнитного поля.}$$

Около края полюсного наконечника на электрон действует радиальная составляющая магнитного поля B_r , в результате чего он приобретает тангенциальную скорость:

$$v_\varphi = \frac{eB_r a}{m}, \text{ здесь } a - \text{ путь электрона в поле направленном радиально.}$$

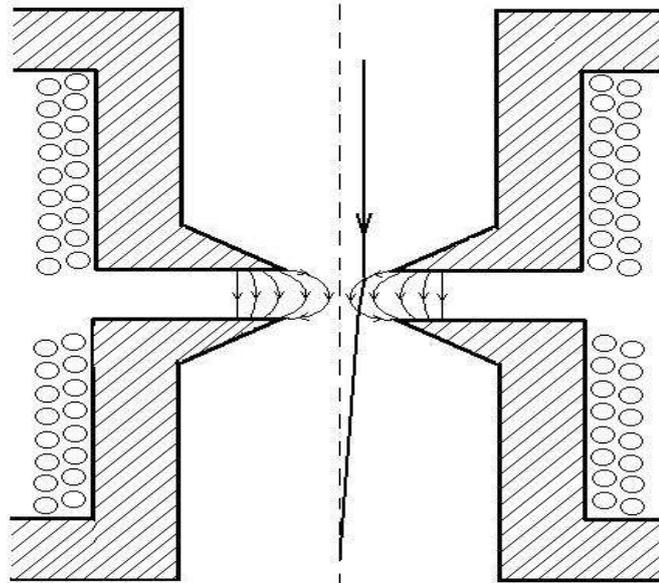


Рис. 5. Магнитная линза.

Ненулевая тангенциальная скорость в центре зазора приводит к тому, что под действием поля вдоль оси \mathbf{B}_z , электрон приобретает радиальную скорость:

$$\mathbf{v}_r = \frac{e^2}{m^2} \cdot \frac{ab\mathbf{B}_r\mathbf{B}_z}{v_0}, \text{ здесь } b \text{ – путь электрона вдоль оси, в поле } \mathbf{B}_z.$$

Около второго края полюсного наконечника поле также направлено радиально, но имеет противоположный знак. Под влиянием этого поля электрон теряет тангенциальную составляющую скорости, приобретенной при входе в линзу. В итоге после линзы электроны в пучке приобретают радиальную скорость, по направлению к оптической оси, т.е. фокусируются. При этом в зазоре полюсного наконечника электроны имеют тангенциальную составляющую скорости, это приводит к тому, что пучок поворачивается вокруг оптической оси.

Конденсорная линза предназначена для уменьшения диаметра пучка электронов, вышедших из источника электронов.

Объективная линза используется для фокусировки электронного пучка на поверхность исследуемого образца.

Отклоняющая система используется для сканирования пучком по поверхности образца и, как правило, позволяет менять направление сканирования, т. е. поворачивать изображение объекта, не поворачивая сам объект. Также отклоняющая система позволяет перемещать область сканирования по неподвижному образцу, когда точности механического смещения образца недостаточно.

Магнитные отклоняющие системы (рис. 6) состоят из двух пар последовательно включенных катушек, ось которых проходит перпендикулярно оптической оси, соответственно создаваемое ими магнитное поле отклоняет электронный пучок в направлении перпендикулярном оси катушек.

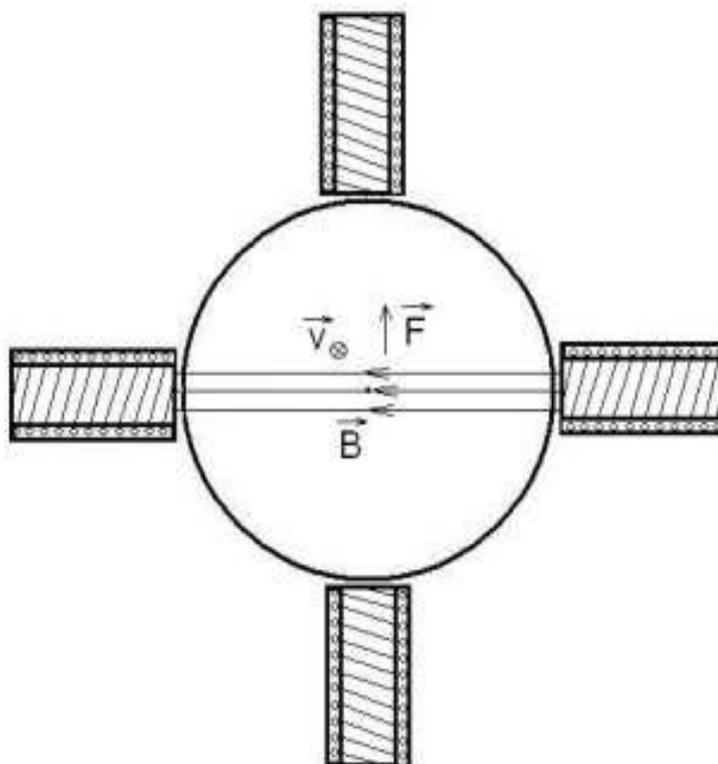


Рис. 6. Магнитная отклоняющая система

Существует ряд факторов, приводящих к увеличению минимально возможного размера электронного пучка. К основным ухудшающим разрешение факторам относятся: aberrации (сферическая и хроматическая), дифракция электронов и астигматизм.

Аберрации оказывают наибольшее влияние на электроны, движущиеся под большим углом к оптической оси. Ограничение угла сходимости электронного пучка с помощью **диафрагмы** позволяет уменьшить влияние aberrаций и улучшить разрешение. При этом уменьшается количество электронов попадающих на образец, что приводит к ослаблению регистрируемого сигнала и ухудшению соотношения сигнал/шум. Изменение угла сходимости электронного пучка с помощью диафрагмы может выполняться как изменением размера диафрагмы, так и фокусировкой пучка в диафрагму с помощью **конденсорной линзы**.

Астигматизм возникает вследствие несовершенства обработки линз, а также присутствия загрязнений, способных накапливать заряд, на поверхности линз и отклоняющих систем. Это приводит к разным фокусным расстояниям для разных направлений в плоскости сканирования (рис. 7).

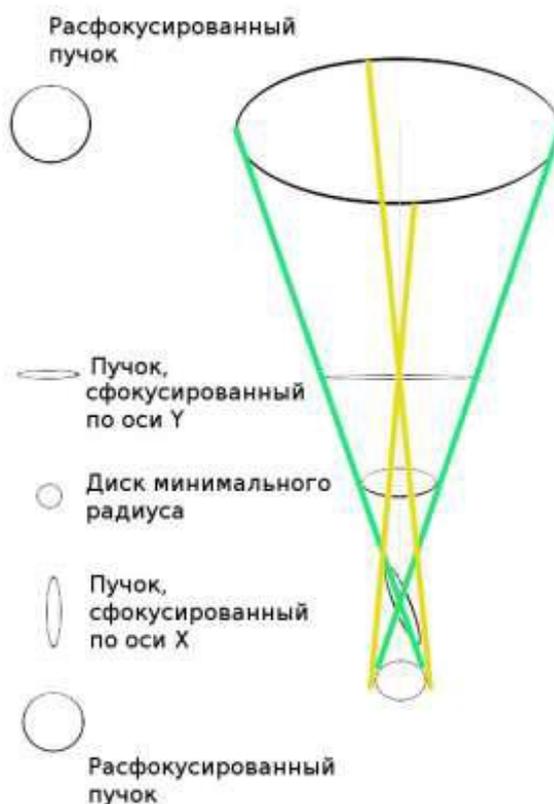


Рис.7. Астигматизм

При этом нет точки, в которой пучок был бы полностью сфокусирован, есть две точки, в которых пучок сфокусирован по одной из осей, а по другой расфокусирован. Между этими точками существует область, где пучок имеет минимальный размер (диск минимального радиуса). Для компенсации астигматизма в оптическую систему встраиваются специальные элементы (*стигматоры*), фокусирующие пучок в каждом из направлений.

Энергия электронов в пучке определяется разностью потенциалов, через которую они прошли, ускоряясь по направлению к образцу. Эта разность потенциалов называется **ускоряющим напряжением**. Электрон, ускоренный разностью потенциалов 1кВ, приобретает энергию 1 кэВ. В большинстве современных СЭМ используется диапазон ускоряющих напряжений от 1 до 30 кВ.

1.4. Взаимодействие электронов с веществом

Взаимодействие первичных электронов с веществом приводит к выходу из исследуемого образца электронов и квантов электромагнитного излучения. Основными сигналами, которые регистрируются в растровом электронном микроскопе, являются: вторичные электроны, отраженные электроны и рентгеновское излучение.

Электроны первичного пучка проникают в исследуемый материал на глубину порядка нескольких микрон и рассеиваются (рис. 8). Глубина проникновения определяется энергией первичных электронов и плотностью (структурой) материала.

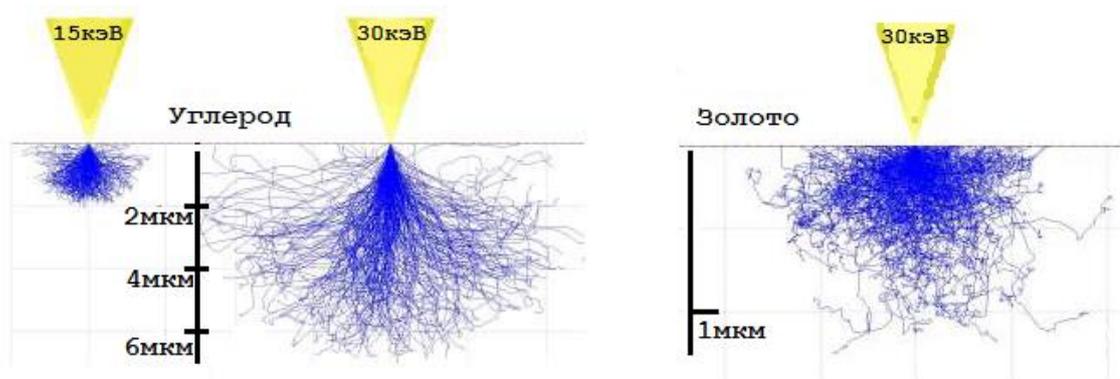


Рис. 8 Рассеяние электронов в различных материалах

(Здесь и далее численное моделирование траекторий выполнено с помощью программного пакета Monte-Carlo simulation of electron trajectory in solids “CASINO”)

Первичные электроны, вылетевшие из образца назад в результате рассеяния (столкновения с атомами и электронами образца) без потерь энергии называются **отраженными, или обратно-рассеянными, электронами (BSE – backscattered electrons)**.

Электроны, выбитые из образца электронами первичного пучка, называются **вторичными электронами (SE - secondary electrons)**.

Рентгеновское излучение, возникающее в результате торможения первичных электронов в веществе, называется **тормозным излучением**.

Рентгеновское излучение, возникающее в результате возбуждения атомов вещества первичными электронами, называется **характеристическим рентгеновским излучением**, т. к. обладает характеристической энергией, «характерной» для каждого химического элемента.

Вторичные электроны (энергия менее 50 эВ) выходят с небольшой глубины (1÷10 нм), на которой рассеяние пучка в плоскости изображения не столь значительно (рис. 9), поэтому позволяют получить изображение с максимальным разрешением.

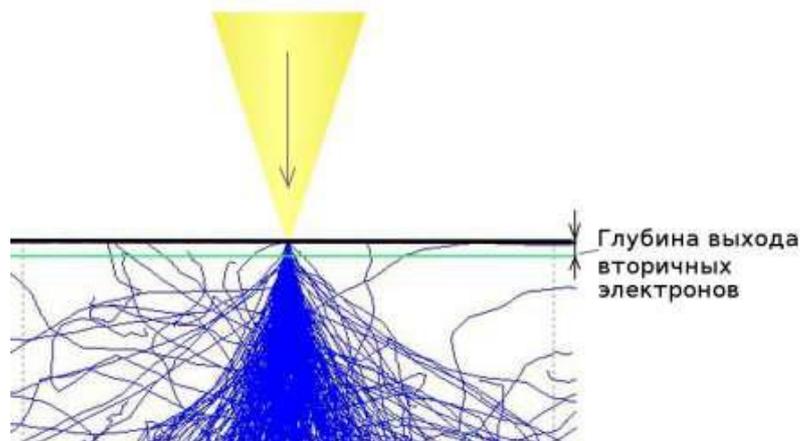


Рис. 9. Глубина выхода вторичных электронов

Количество вторичных электронов в основном определяется углом падения пучка на поверхность, т. е. морфологией поверхности. Наклонные участки поверхности на изображении во вторичных электронах выглядят более светлыми, по сравнению с поверхностью перпендикулярной первичному пучку. Вблизи острых краев или углов образца наблюдается увеличение выхода вторичных электронов связанное с возможностью выхода через несколько поверхностей (краевой эффект) (рис. 10).

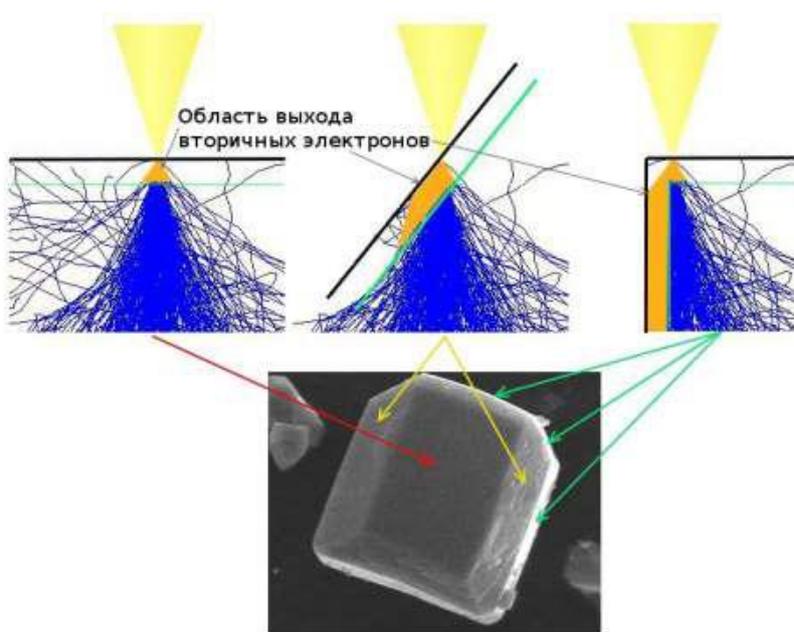


Рис. 10. Выход вторичных электронов при различных углах падения.

Отраженные электроны выходят с глубины порядка половины глубины проникновения первичного пучка, при этом размер области выхода в плоскости изображения существенно больше, что приводит к худшему разрешению, чем в случае вторичных электронов (рис. 11).

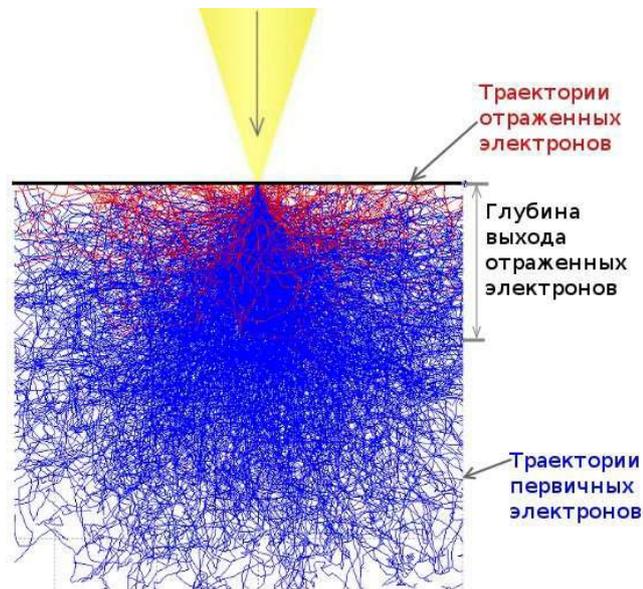


Рис. 11. Отраженные электроны.

Количество отраженных электронов определяется атомным номером и плотностью материала, а также морфологией поверхности.

Рентгеновское излучение выходит практически из всей области взаимодействия, при этом часть рентгеновского излучения поглощается в материале.

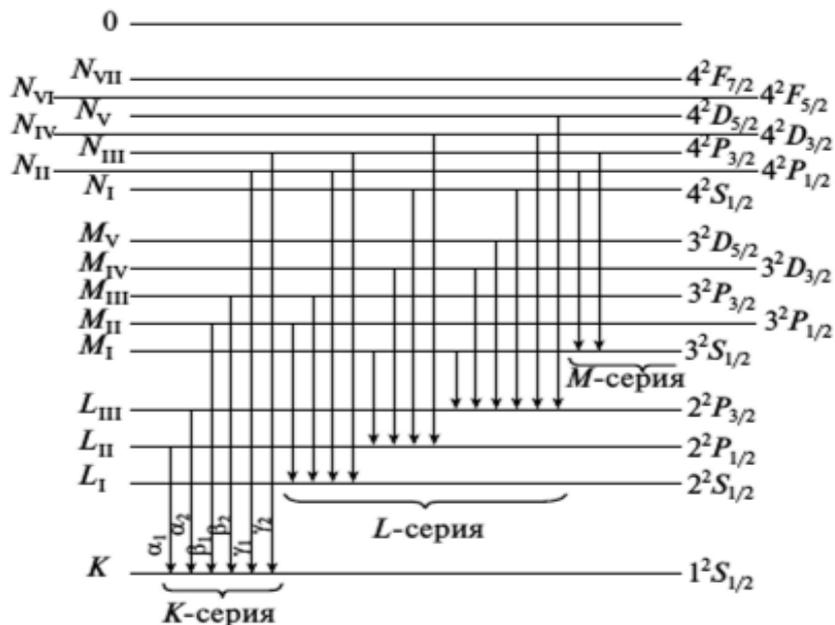


Рис. 12. Характеристические рентгеновские переходы

Глубина генерации рентгеновского излучения определяется глубиной проникновения в образец электронов первичного пучка. В случае непрерывного тормозного спектра возбуждение может идти на всей глубине проникновения электронов. Пространственное разрешение изображения при регистрации рентгеновского излучения определяется размерами области генерации излучения и составляет порядка нескольких микрон. Для получения минимального размера области генерации и максимального отношения интенсивности характеристических линий к фону используют энергии электронного пучка в 2-3 раза больше критических для данного материала. $E_{кр}$ – критическая энергия, необходимая для возбуждения данной линии излучения, равна энергии необходимой для ионизации соответствующей внутренней оболочки.

Значения энергии характеристических линий для разных химических элементов хорошо известны, и слабо зависят от химического соединения, что позволяет качественно анализировать элементный состав образца.

Интенсивности характеристических линий определяются концентрацией атомов соответствующего химического элемента и используются для количественного анализа состава образца.

В основе количественного анализа лежит измерение отношения интенсивностей характеристической линии в исследуемом образце к интенсивности той же линии в стандарте. В первом приближении считается, что это отношение интенсивностей равно отношению массовых концентраций элемента в исследуемом образце и в стандарте.

$$\frac{I_{sample}}{I_{stand}} \approx \frac{C_{sample}}{C_{stand}}$$

Величина интенсивности линии в стандарте измеряется при тех же условиях, либо рассчитывается методами численного моделирования.

На практике эффективность возбуждения характеристического излучения в стандарте и образце со сложным составом будет различаться, поэтому соотношение интенсивностей не равно соотношению концентраций в точности. Кроме того при прохождении рентгеновского излучения через образец имеет место его поглощение. Интенсивность излучения, которая выходит с глубины x ослабляется экспоненциально:

$$I = I_0 \cdot \exp(-\mu/\rho)\rho x$$

где μ/ρ – массовый коэффициент поглощения для данной длины волны, ρ – плотность образца.

Для сложных образцов массовый коэффициент поглощения усредняется в соответствии с массовыми долями. В результате поглощения рентгеновских квантов как характеристического, так и тормозного спектра, может происходить образование фотоэлектронов и испускание вторичного рентгеновского излучения – рентгеновская флуоресценция.

Таким образом, для точного количественного анализа необходимо ввести поправки на поглощение, флуоресценцию и эффекты, связанные с изменением эффективности генерации рентгеновского излучения. Наиболее корректно эта задача решается в случае однородных плоских образцов.

1.5. Детекторы

Для регистрации вторичных электронов, как правило, используется *детектор Эверхарта-Торнли*. Схема детектора представлена на Рис. 13. Коллектор имеет положительный потенциал (около +250В), благодаря чему вторичные электроны затягиваются в коллектор. На первичные и отраженные электроны, имеющие высокие значения энергии, этот потенциал влияния не оказывает. Внутри коллектора электроны ускоряются. Для этого на сцинтиллятор подается высокое напряжение порядка +10÷12кВ. При ускорении электроны получают достаточную энергию, чтобы вызвать световое излучение сцинтиллятора, которое по световоду попадает на фотоумножитель, где преобразуется в электрический сигнал. Сигнал с ФЭУ усиливается и преобразуется в уровни серого на изображении.



Рис. 13. Детектирование вторичных электронов на примере детектора Эверхарта-Торнли.

Для регистрации *отраженных электронов* обычно используются твердотельные детекторы (полупроводниковые, микроканальные пластины). Эффективность сбора отраженных электронов зависит от угла наклона детектора к поверхности генерации электронов и расстояния между ними.

«Коэффициент отражения» первичных электронов в первую очередь зависит от массы атома, с которым столкнулся электрон – чем тяжелее атом, тем больше вероятность «упругого» отражения. Именно поэтому на поверхности образца участок материала с более «тяжелыми» атомами выглядит на изображении более светлым. Полученный контраст называют *композиционным*.

Изображение в отраженных электронах позволяет определить количество фаз в материале, наблюдать микроструктуру материала. Выявление структуры материала становится возможным, т. к. химический состав зерен в многокомпонентных системах отличается от химического состава их границ.

В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, то дополнительно к *композиционному* возникает *топографический* контраст. Для разделения *композиционного* и *топографического* контрастов применяют два детектора отраженных электронов, или две секции одного детектора. В случае сложения сигналов секций усиливается композиционный и устраняется топографический контраст. При вычитании сигналов аннулируется композиционный и усиливается топографический контраст.

Для рентгеновского излучения существует два типа детекторов: *энергодисперсионный* и *волнодисперсионный*.

Энергодисперсионный детектор использует корпускулярные свойства рентгеновского кванта и представляет собой полупроводниковый диод. Попадание на такой диод кванта рентгеновского излучения приводит к генерации импульса тока, амплитуда которого пропорциональна энергии кванта (рис. 14). Число таких импульсов в единицу времени пропорционально интенсивности рентгеновского излучения.

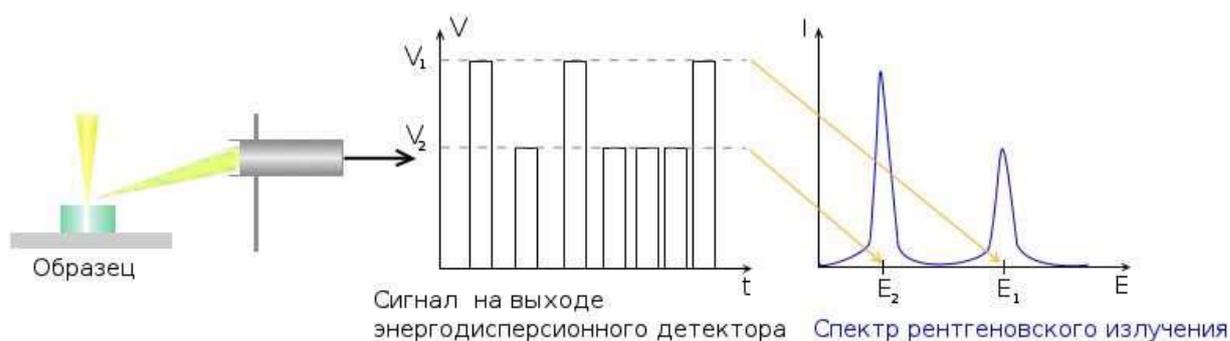


Рис. 14. Энергодисперсионный детектор рентгеновского излучения

Волнодисперсионный детектор использует дифракцию рентгеновского излучения на кристалле-анализаторе, с последующей регистрацией пропорциональным счетчиком. В зависимости от угла ориентации кристалла на счетчик попадает рентгеновское излучение с определенной длиной волны.

Детекторы рентгеновского излучения используются для анализа локального элементного состава исследуемого образца. Регистрация рентгеновского излучения от каждой точки в процессе сканирования позволяет построить изображение, отражающее элементный состав различных участков поверхности. Такие изображения называют картами элементного состава.

2. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ПОЛУЧЕНИЮ ИЗОБРАЖЕНИЯ

Получение изображения с оптимальным разрешением требует выполнения процедуры настройки электронного микроскопа. Необходимыми этапами настройки являются фокусировка и компенсации астигматизма. Эти процедуры выполняются поочередно до получения максимально четкого изображения.

Фокусировка производится до получения четкого изображения. Необходимо помнить, что параметры фокусировки могут изменяться при изменении размеров области сканирования, поэтому при изменении увеличения необходимо сфокусировать пучок заново. Также параметры фокусировки изменяются при компенсации астигматизма.

После первичной фокусировки необходимо выполнить **компенсацию астигматизма**. Основным признаком астигматизма является неравномерность размытия объектов на изображении при изменении фокусировки (рис. 15). При компенсации астигматизма необходимо руководствоваться как равномерностью размытия объектов при изменении фокусного расстояния, так и получением максимально четкого изображения.



Рис. 15. Размытие изображения при фокусировке выше и ниже образца при наличии астигматизма (вверху) и без астигматизма (внизу).

После проведения компенсации астигматизма необходимо снова выполнить фокусировку. Процедура настройки заканчивается, когда изменение параметров фокусировки не приводит к улучшению изображения.

Яркость и контрастность. При настройке яркости и контрастности необходимо руководствоваться принципом максимальной информативности изображения. Избыточная контрастность и недостаточная яркость приводит к появлению на изображении черных и белых областей, детали которых становятся неразличимыми (рис. 16). Недостаточная контрастность и избыточная яркость приводят к уменьшению контраста, объекты сливаются друг с другом.

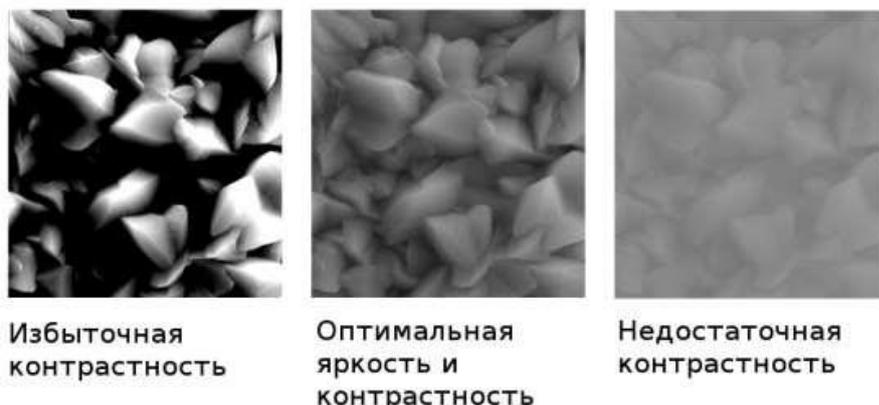


Рис. 16. Настройка яркости и контрастности.

Скорость сканирования. Быстрое сканирование позволяет оперативнее выполнить позиционирование образца и настройку микроскопа, однако при этом время накопления сигнала мало, что приводит к ухудшению соотношения сигнал/шум (рис. 17).



Рис. 17. Влияние скорости сканирования на соотношение сигнал/шум.

Увеличение времени накопления сигнала (уменьшение скорости сканирования) приводит к уменьшению шума на изображении, однако длительное воздействие электронного пучка может привести к необратимым изменениям в исследуемом образце.

Накопление электрического заряда (зарядка образца) под воздействием первичного пучка. В случае **непроводящего (диэлектрического) образца** происходит накопление отрицательного заряда в приповерхностной области. Это приводит к локальному изменению условий выхода вторичных электронов и отклонению первичного пучка от первоначальной траектории (рис. 18).



Рис. 18. Изображение диэлектрического материала.

При большой величине накопленного отрицательного заряда электроны первичного пучка отклоняются, не попадая на образец. При этом заряженный участок образца играет роль зеркала для электронов.

Существует три основных способа устранения влияния накопленного заряда:

- изменение (подбор) ускоряющего напряжения;
- нанесение проводящего покрытия;
- использование низкого вакуума.

При **изменении ускоряющего напряжения** происходит изменение количества вторичных и отраженных электронов (рис. 19). При этом можно подобрать условия, при которых число эмитированных электронов (вторичных и отраженных) будет равно числу электронов пучка, попадающих на образец, и электрический заряд накапливаться не будет.

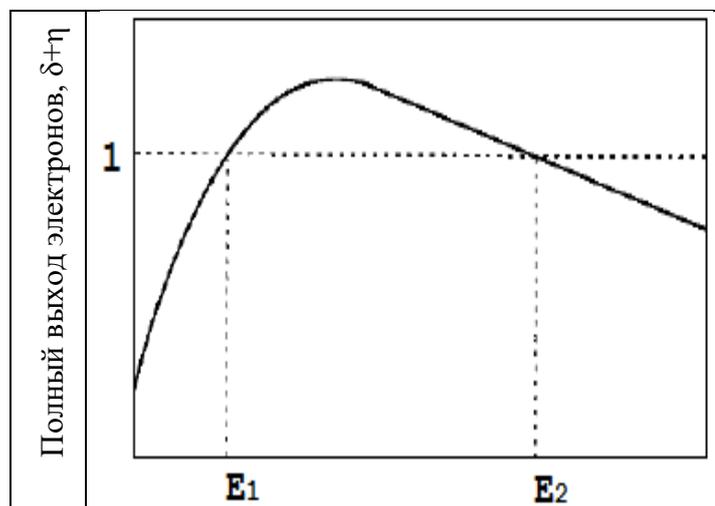


Рис. 19. Зависимость полного выхода электронов от ускоряющего напряжения (η – коэффициент отражения, δ – коэффициент истинно вторичной эмиссии).

При значениях ускоряющего напряжения между E_1 и E_2 происходит положительная зарядка поверхности образца, что приводит к эффективному уменьшению величины δ , поскольку низкоэнергетические вторичные электроны притягиваются обратно к образцу. Данный процесс продолжается пока не наступит динамическое равновесие $\delta + \eta = 1$. Именно в таком режиме можно наблюдать диэлектрические образцы. Для большинства материалов значения E_1 и E_2 лежат в диапазоне 1 – 5 кэВ, что делает практически невозможным применения данного метода совместно с рентгеновским микроанализом.

Нанесение проводящего покрытия. Как правило, используется напыление в вакууме пленок благородных металлов, либо углерода. При этом толщина покрытия должна быть существенно меньше, чем размер деталей образца, которые предполагается изучать.

Использование низкого вакуума (напуск небольшого количества газа в камеру микроскопа) приводит к компенсации отрицательного заряда образца положительным зарядом ионов газа, образующихся при взаимодействии электронного пучка с молекулами газа в камере. Этот метод требует использования дополнительных устройств, позволяющих контролируемо напускать газ (как правило, азот) в камеру микроскопа, не нанося ущерба вакуумной системе и элементам электронной оптики.

3. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие величины электрического напряжения применяются в сканирующем электронном микроскопе, для каких целей?
2. Какими должны быть величины давления остаточных газов в электронно-оптической системе и вакуумной камере микроскопа? С чем связаны подобные требования к вакууму?
3. Какие виды излучения могут возникать при взаимодействии электронного пучка с веществом?
4. Каковы энергии и глубина выхода вторичных электронов? Какого типа контраст получается при их регистрации?
5. Как устроен детектор вторичных электронов Эверхарта-Торнли?
6. Почему накопление электрического заряда на поверхности образца негативно сказывается на получении изображения в СЭМ?
7. Какие методы наблюдения диэлектрических образцов в СЭМ вам известны?
8. Как определяется величина увеличения СЭМ?
9. Что такое пространственное разрешение сканирующего электронного микроскопа?
10. Какие основные факторы ограничивают пространственное разрешение сканирующего электронного микроскопа?
11. Как связана величина ускоряющего напряжения с пространственным разрешением сканирующего электронного микроскопа?
12. Какие электроны называются обратно-рассеянными?
13. Каков механизм возникновения характеристического рентгеновского излучения в СЭМ?
14. Почему обратно-рассеянные электроны несут информацию о композиционном составе образца?

4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1.

Настройка и фокусировка РЭМ. Получение изображения в режиме регистрации вторичных электронов. Определение пространственного разрешения РЭМ.

4.1. Цель работы:

Получение электронно-микроскопического изображения тестового образца и определение разрешения РЭМ.

4.2. Задачи:

1. Изучение конструкции и принципов работы прибора. Знакомство с программным обеспечением.
2. Получение навыков фокусировки и коррекции астигматизма электронного пучка. Получение РЭМ-изображения.
3. Изучение методов определения пространственного разрешения сканирующего электронного микроскопа.
4. Изучение основных факторов, влияющих на пространственное разрешение сканирующего электронного микроскопа

Перед началом работы необходимо ознакомиться с теоретическими основами растровой электронной микроскопии, а также с руководством по эксплуатации сканирующего электронного микроскопа.

Все операции с образцом, а также операции в вакуумной камере электронного микроскопа проводятся в перчатках.

4.3. Практические рекомендации по получению изображения

Хорошо сфокусированный электронный пучок обеспечивает максимальное пространственное разрешение, доступное для используемого электронного микроскопа.

Разрешение РЭМ зависит не только от диаметра первичного пучка, но и от типа регистрируемого излучения, поскольку разным типам излучения соответствуют разные области взаимодействия первичных электронов с образцом. Невозможно достичь пространственного разрешения меньшего, чем размер той части области взаимодействия, из которой выходит детектируемое излучение. Наименьший диаметр электронного зонда, сравнимый с размером пятна на поверхности образца, получается при регистрации вторичных электронов.

Фокусировка.

Изменяя параметр «фокус» с помощью пульта управления ЭОС микроскопа, добиваются максимально резкого изображения поверхности образца. Если не удастся сфокусировать электронный пучок, попробуйте уменьшить увеличение прибора до минимального значения. После завершения процесса фокусировки выбирается требуемое значение увеличения. Изменение увеличения приводит к незначительной расфокусировке изображения, что исправляется коррекцией фокусного расстояния.

Компенсация астигматизма.

Принцип коррекции астигматизма состоит в изменении преломляющей способности электронных линз по двум перпендикулярным направлениям (X и Y) с помощью управляющего тока, подаваемого на катушки стигматора – специального устройства, расположенного в ЭОС.

Компенсация астигматизма производится поочередно по осям X и Y на «живом» изображении. Признаком правильно скомпенсированного астигматизма является отсутствие движения изображения при изменении фокуса: изображение не должно двигаться, а должно равномерно размываться.

Процедуры коррекции астигматизма и фокусировки требуют последовательного повторения для достижения удовлетворительного результата.

Определение пространственного разрешения СЭМ по резкости края

Прямым способом определения пространственного разрешения РЭМ является наблюдение частиц с размерами равными указанной величине разрешения. Но, т. к. у современных электронных микроскопов предел пространственного разрешения составляет $1 \div 3$ нм, становится сложным подбор необходимых для демонстрации разрешения стандартов.

Для преодоления этих трудностей Раймером был предложен метод определения пространственного разрешения по резкости края. При сканировании электронным лучом вдоль линии перпендикулярной резкому краю, интенсивность выхода вторичных электронов является сглаженной ступенчатой функцией:

$$I(x) = \iint_{-x_0}^{\infty \infty} j \sqrt{x^2 + y^2} dx dy, \text{ где } j \text{ – плотность тока первичного пучка.}$$

Пространственное разрешение при этом определяется как расстояние между точками, соответствующими 25% и 75% полной высоты ступени. Для измерения пространственного разрешения по резкости края необходимо использовать программное обеспечение, позволяющее строить профили интенсивности сигнала.

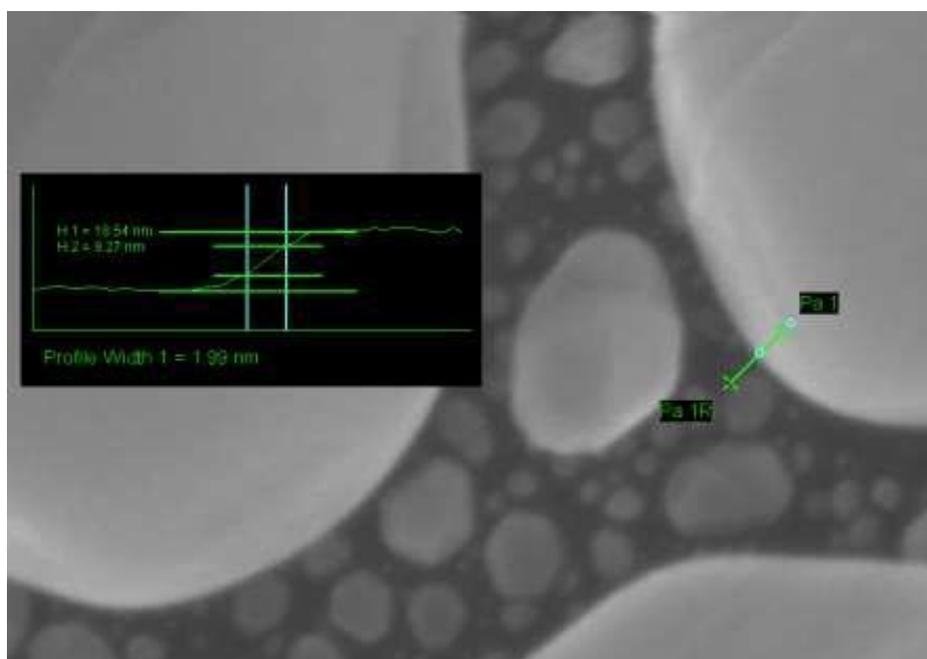


Рис. 20. Пример определения пространственного разрешения по резкости края частиц золота на углероде

4.4. Задание

1. Выберите проводящий образец, содержащий множество мелких деталей, сопоставимых по размеру с пространственным разрешением микроскопа и подготовьте его к установке в камеру микроскопа. Образец должен быть тщательно обезжирен и с помощью проводящего фиксатора закреплен на столике микроскопа.
2. Установите образец в камере микроскопа. Включите ускоряющее напряжение. Отъюстируйте электронно-оптическую систему микроскопа. Добейтесь наиболее резкого и сфокусированного изображения поверхности при максимально возможном увеличении.
3. Выберите из всего диапазона, в котором можно изменять величину ускоряющего напряжения несколько равномерно распределенных значений. Для каждого выбранного значения ускоряющего напряжения добивайтесь наиболее резкого и сфокусированного изображения поверхности. Сохраните изображения при различных скоростях сканирования.
4. Для каждого из полученных снимков оцените величину пространственного разрешения по резкости краев элементов поверхности образца.
5. Для каждого из полученных снимков оцените отношение сигнал/шум.

5. СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Практическая электронная растровая микроскопия. Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица. М., 1978.
2. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. М., Мир, 1984.
3. Эгертон, Рэй Ф. Физические принципы электронной микроскопии [Текст]: введение в просвечивающую, растровую и аналитическую электронную микроскопию/ Р. Ф. Эгертон; пер. с англ. С. А. Иванова. - Москва: Техносфера, 2010. - 300 с.

Настоящие методические указания разработаны на базе учебно-методических материалов по курсу «Сканирующая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ» Кафедры «Ядерно-физических методов исследования» СПбГУ.