

**Лабораторные работы по теме  
«Сканирующая электронная микроскопия  
и рентгеновский микроанализ»**

# Теоретические основы сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа

## Введение

*Микроскоп* — это прибор, используемый для научных исследований, который предназначен, как и любой научный прибор, для получения информации об объекте исследования.

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 воздействия на объект исследования (светом, электронами и т.д.)

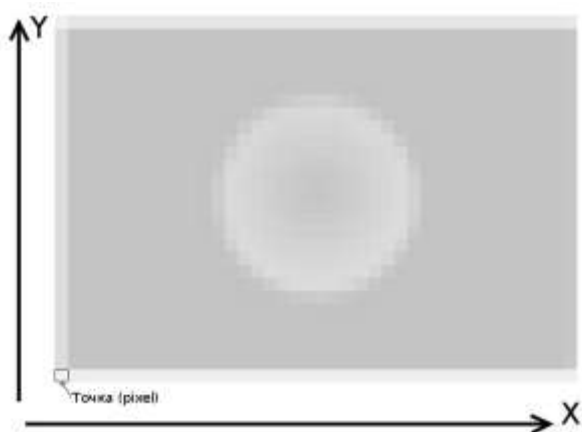


Рис. 1. Представление данных в форме двумерного изображения.

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 сканирующем электронном микроскопе (СЭМ).

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

Увеличением  $M$  (Magnification) в СЭМ называется отношение размера изображения на устройстве отображения (мониторе) к размеру области сканирования на исследуемом объекте (рис. 2). Размер изображения ограничен размерами монитора, следовательно, для изменения увеличения необходимо изменять размеры области сканирования. Чем меньше область сканирования, тем больше увеличение.

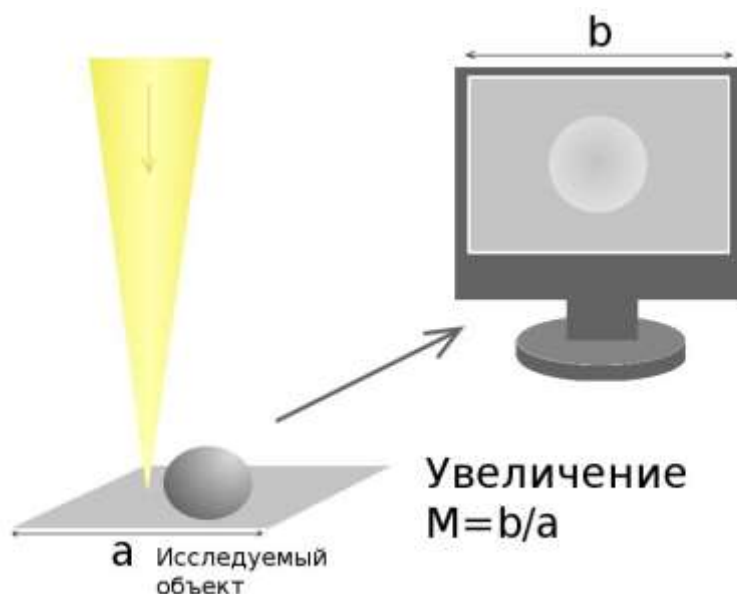


Рис. 2. Увеличение

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).

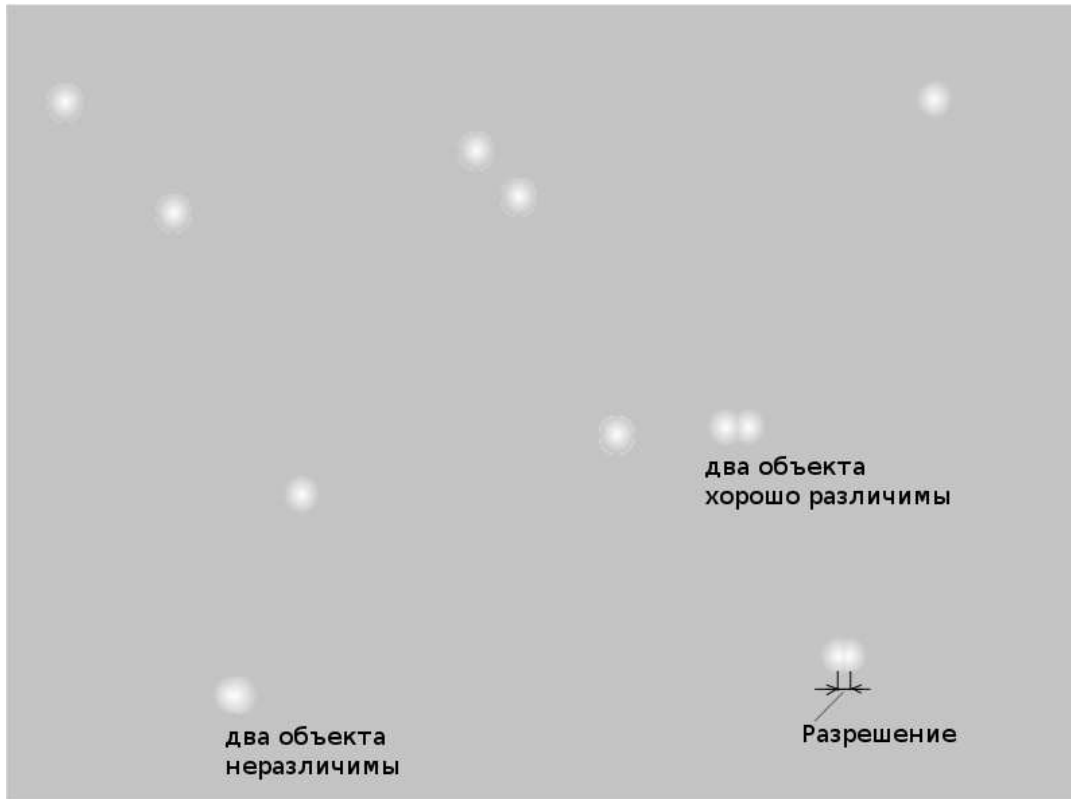


Рис. 3. Определение разрешения на изображении.

Разрешение определяется размерами области, сигнал из которой регистрируется детектором — области взаимодействия электронов с материалом. Размеры области взаимодействия определяются не только размерами электронного пучка, но и процессами взаимодействия электронов с веществом. Для получения качественного изображения необходимо минимизировать размеры электронного пучка, т.е. сфокусировать его.

Итак, сканирующий электронный микроскоп — это прибор, предназначенный для получения увеличенного изображения объекта путем сканирования по объекту сфокусированным пучком электронов и регистрации детектором сигнала, возникающего в результате взаимодействия электронов с

веществом.

Принципиальная схема сканирующего электронного (рис.4) микроскопа включает в себя источник электронов, оптическую систему для фокусировки электронов и сканирования (электронную колонну), камеру с образцом и детекторы для регистрации сигнала, а также систему откачки, необходимую для создания вакуума в микроскопе. Необходимо помнить, что в воздухе электрон не сможет долететь от источника до образца, т.к. столкнется с молекулами воздуха на своем пути, поэтому вакуум в пушке, колонне и камере микроскопа является необходимым условием для работы микроскопа.

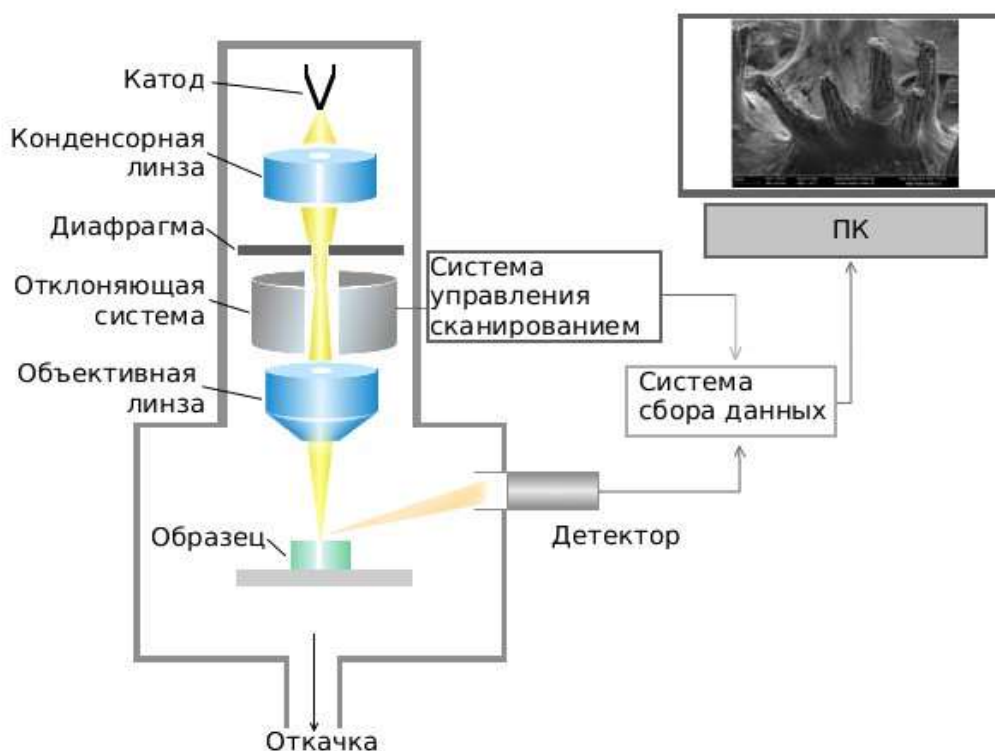


Рис. 4. Принципиальная схема СЭМ.

Испускаемые катодом электроны, проходя через систему электронной оптики, фокусируются и ускоряются в направлении образца. В процессе сканирования сфокусированным пучком по поверхности образца происходит эмиссия вторичных электронов, которые регистрируются детектором. Таким образом, на систему сбора данных поступает информация о координатах пучка на образце и величине сигнала с детектора. При построении изображения

каждой точке образца приписывается яркость пропорциональная величине сигнала, измеренного в момент, когда пучок находился в этой точке.

## Источник электронов

В основе работы источника электронов лежит явление эмиссии (испускания) электронов металлами 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. На практике используются как термоэмиссионные, так и автоэмиссионные источники (катоды).

Ток электронов, испускаемых термоэмиссионным источником, описывается законом Ричардсона:

$$J_0 = AT^2 \exp(-\varphi / kT),$$

где  $A$  – постоянная Ричардсона и  $\varphi$  – работа выхода электронов зависят от материала катода, а  $T$  – температура катода.

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

Плотность тока, испускаемого автоэмиссионным источником, определяется законом Фаулера-Нордгейма:

$$j = \frac{e\varepsilon^2}{8\pi h\varphi} \exp\left(\frac{-8\pi\sqrt{2m}}{3he} \cdot \frac{\varphi^{3/2}}{\varepsilon} \mathcal{G}(y)\right)$$

где  $\mathcal{G}(y) \approx 0,95 - 1,03y^2$  — функция Нордгейма от аргумента  $y = e\sqrt{\frac{e\varepsilon}{\varphi}}$ ,  $\varphi$  — работа выхода,  $\varepsilon$  - напряженность электрического поля.

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

$$\frac{j(T) - j(0)}{j(0)} \sim \frac{\varphi}{\varepsilon r^2} T^2$$

Система из источника и дополнительных электродов называется *электронной пушкой*. Вылетевшие электроны с помощью электрического поля ускоряются и направляются через оптическую систему на образец.

## **Электронная оптика**

Колонна электронной оптики, как правило, состоит из конденсорной линзы, диафрагмы, отклоняющей системы и объективной линзы. В современных колоннах электронной оптики используется система из нескольких конденсорных линз и отклоняющих систем, а также устройства для компенсации астигматизма.

В основе работы всех элементов электронной оптики лежит изменение траектории электронов под действием электрического или магнитного поля. В отличие от привычных стеклянных линз для видимого света, линзы для электронов представляют собой системы из электродов, к которым приложено напряжение, 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.

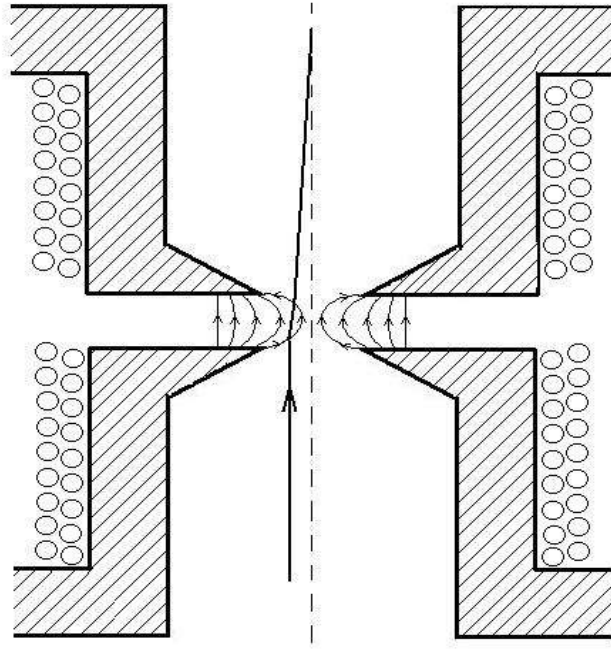


Рис. 5. Магнитная линза.

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:  $F = -e[v \times B]$ , где  $v$  – скорость электрона,  $B$  – индукция магнитного поля. Около края полюсного наконечника на электрон действует радиальная составляющая магнитного поля  $B_r$ , в результате чего он приобретает тангенциальную скорость:

$$v_\phi = \frac{eB_r a}{m}, \quad (0.0.1)$$

где  $a$  — путь электрона в поле направленном радиально. Ненулевая тангенциальная скорость в центре зазора приводит к тому, что под действием поля вдоль оси  $B_z$ , электрон приобретает радиальную скорость:

$$v_r = \frac{e^2}{m^2} \frac{abB_r B_z}{v_0}, \quad (0.0.2)$$

здесь  $b$  — путь вдоль оси, в поле  $B_z$ . 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.

*Отклоняющая система* используется в первую очередь для сканирования пучком по поверхности образца и, как правило, позволяет выбрать произвольное направление сканирования, т.е. поворачивать изображение объекта, не поворачивая сам объект. Также отклоняющая система позволяет перемещать область сканирования по неподвижному образцу, что используется для небольших перемещений, когда точности механического смещения образца недостаточно.

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

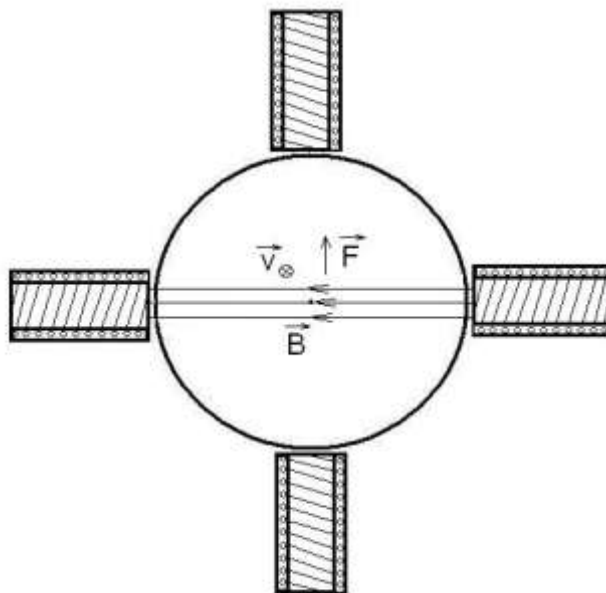


Рис. 6. Магнитная отклоняющая система

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

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

*Абберации* оказывают наибольшее влияние на электроны, движущиеся под большим углом к оптической оси. Ограничение угла сходимости электронного пучка с помощью *диафрагмы* позволяет уменьшить влияние аббераций 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). 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, фокусирующие пучок в одном из направлений.

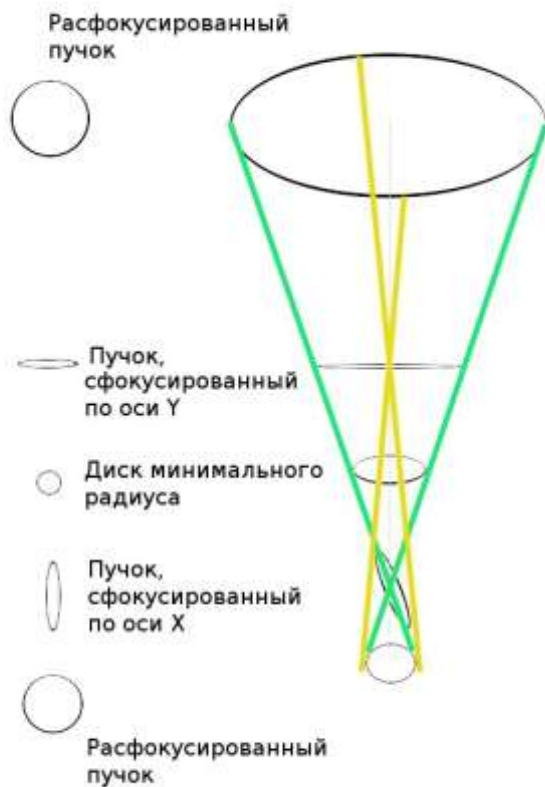


Рис.7. Астигматизм

*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.

### **Взаимодействие электронов с веществом**

В результате взаимодействия ускоренных электронов с веществом происходит ряд процессов, которые приводят к выходу из исследуемого образца электронов или квантов электромагнитного излучения. Основными сигналами, которые регистрируются в сканирующем электронном микроскопе, являются вторичные электроны, отраженные электроны и рентгеновское излучение.

Ускоренные электроны пучка (первичные электроны) проникают в

материал на глубину порядка микрон, рассеиваясь (рис. 8).

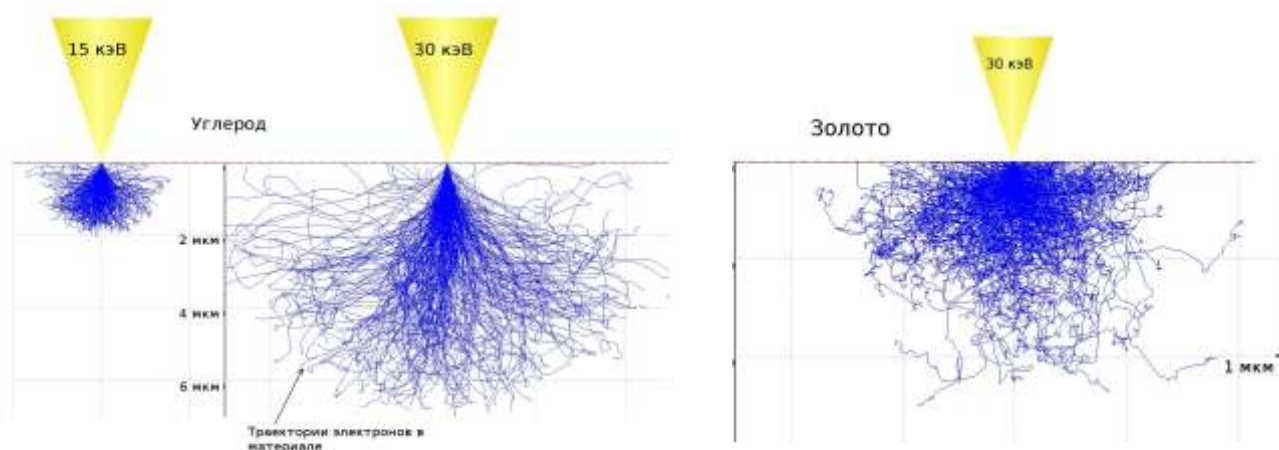


Рис. 8 Рассеяние электронов в различных материалах

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

Глубина проникновения определяется энергией первичных электронов и плотностью материала, в котором они рассеиваются.

Электроны пучка, вылетевшие в результате рассеяния (столкновения с атомами и электронами образца) из образца назад называются *отраженными (обратно-рассеянными) электронами (BSE - backscattered electrons)*.

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

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

Рентгеновское излучение, возникающее в результате возбуждения атомов вещества ускоренными электронами пучка, называется *характеристическим рентгеновским излучением*, т.к. обладает характеристической энергией уникальной для атомов каждого химического элемента.

*Вторичные электроны* 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.

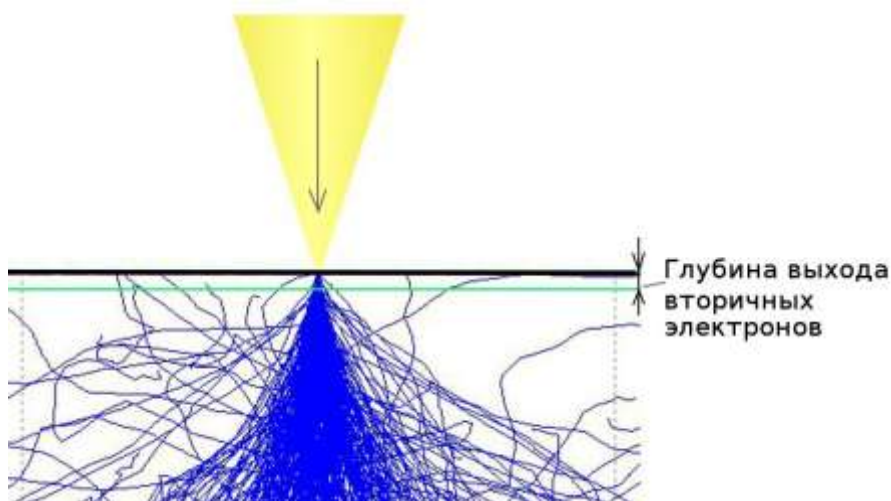


Рис. 9. Вторичные электроны

Количество вторичных электронов 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).

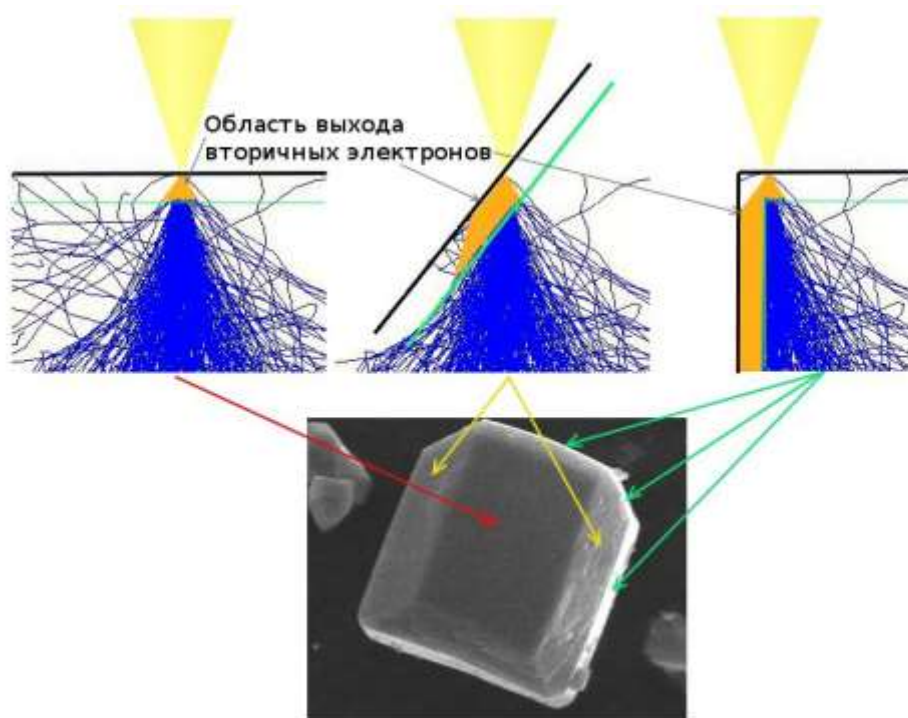


Рис. 10. Выход вторичных электронов при различных углах падения.

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). Количество отраженных электронов определяется атомным номером и плотностью материала, а также морфологией поверхности в масштабе большем, чем размеры области выхода.

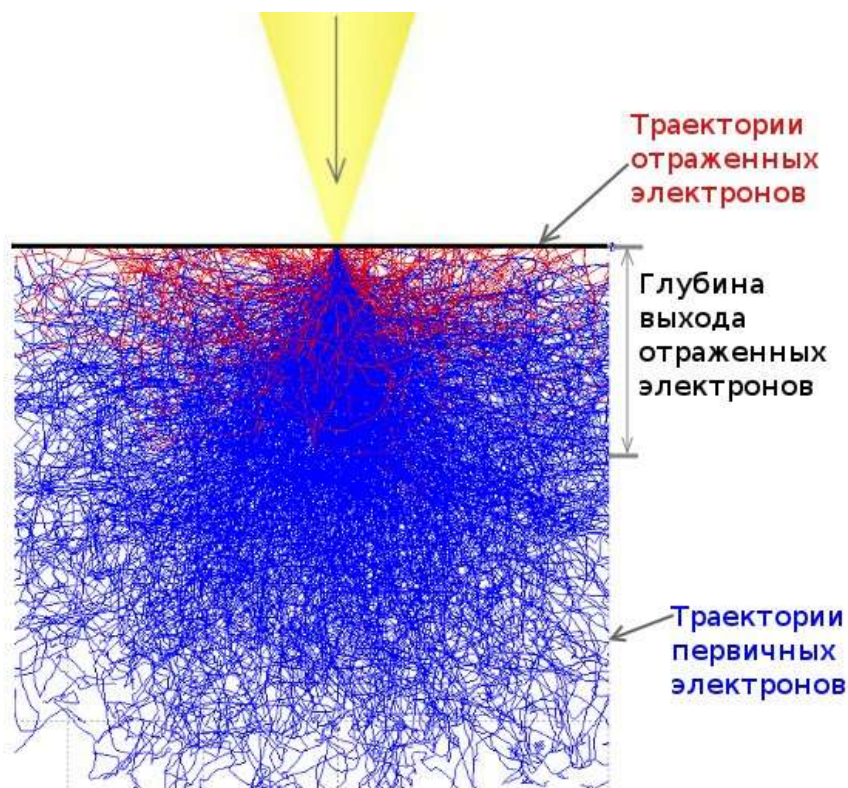


Рис. 11. Отраженные электроны.

Рентгеновское излучение выходит практически из всей области взаимодействия, при этом часть рентгеновского излучения поглощается в материале. Спектр характеристического излучения представлен набором линий, соответствующих переходам на внутренние оболочки атома. Внутренние оболочки обозначаются латинскими буквами по алфавиту, начиная с К, соответствующие переходы обозначаются той же буквой, что и уровень на который происходит переход. При этом добавляется греческая буква,

обозначающая, насколько выше лежит уровень, с которого происходит переход (рис. 12).

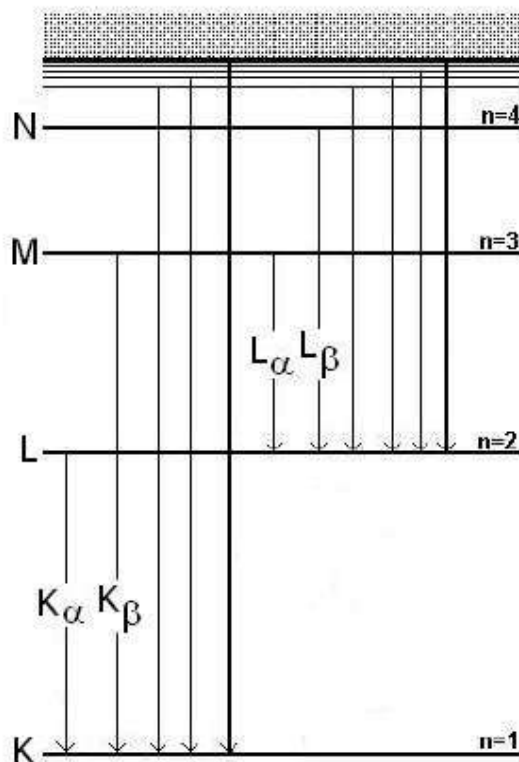


Рис. 12. Характеристические рентгеновские переходы

Глубина генерации рентгеновского излучения определяется глубиной проникновения в образец электронов зондирующего 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.  $E_{cr}$  – 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:

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

где  $\mu/\rho$  — массовый коэффициент поглощения для данной длины волны,  $\rho$  — 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. При исследовании образцов сложной формы, как правило, используется предварительная шлифовка и полировка поверхности.

## Детекторы

Для регистрации вторичных электронов, как правило, используется *детектор Эверхарта-Торнли*. Вторичные электроны, испускаемые образцом, затягиваются электрическим полем и, ускоряясь, попадают на люминофор, вызывая вспышки света, которые регистрируются фотоэлектронным умножителем (ФЭУ) (рис. 13). Сигнал с ФЭУ усиливается и отцифровывается в уровни серого на изображении.

Отраженные электроны также попадают в детектор Эверхарта-Торнли, но в силу того, что отраженные электроны обладают большей энергией, они не затягиваются электрическим полем. В детектор попадают только такие отраженные электроны, которые вылетели из образца в направлении детектора.

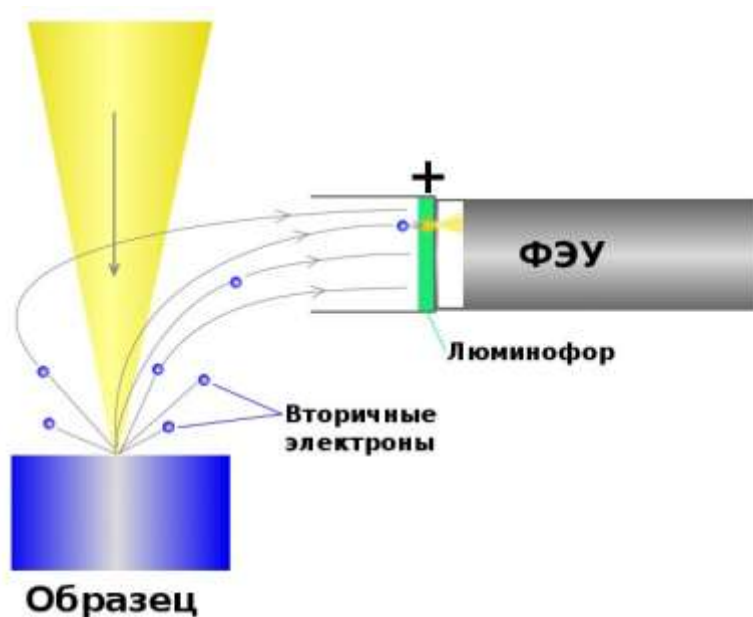


Рис. 13. Детектирование вторичных электронов.

*Детектор отраженных электронов представляет собой*

полупроводниковый диод, расположенный непосредственно над образцом. Попадая в полупроводник, отраженные электроны образуют электронно-дырочные пары, в результате чего возникает ток в цепи диода.

Существует два типа детекторов рентгеновского излучения: *энергодисперсионный* и *волнодисперсионный*.

*Энергодисперсионный детектор* использует корпускулярные свойства излучения и представляет собой полупроводниковый диод. Попадание на 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.

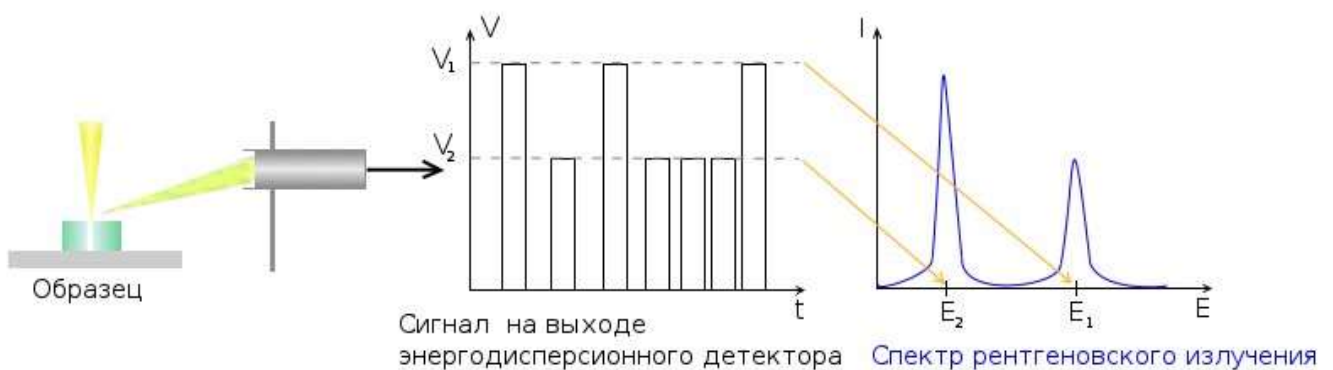


Рис. 14. Энергодисперсионный детектор рентгеновского излучения

*Волнодисперсионный детектор* использует дифракцию рентгеновского излучения на кристалле-анализаторе, с последующей регистрацией газовым 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.

## Рекомендации по получению изображения в СЭМ

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* является простой процедурой и производится до получения четкого изображения. Необходимо помнить, что параметры фокусировки могут изменяться при изменении размеров области сканирования, поэтому каждый раз 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 фокусного расстояния (рис. 15). При компенсации астигматизма необходимо руководствоваться как равномерностью размытия объектов при изменении фокусного расстояния, так и получением четкого изображения.

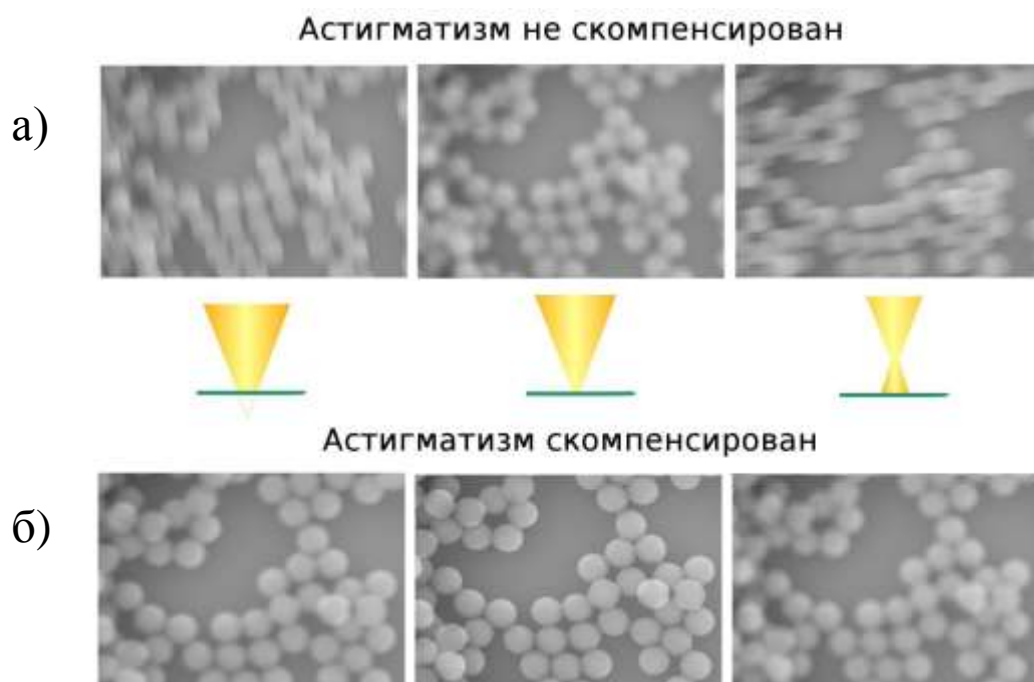


Рис. 15. Размытие изображения при фокусировке выше и ниже образца при наличии астигматизма (а) и без астигматизма (б).

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

*Яркость и контрастность* являются важными параметрами изображения. При настройке этих параметров 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.

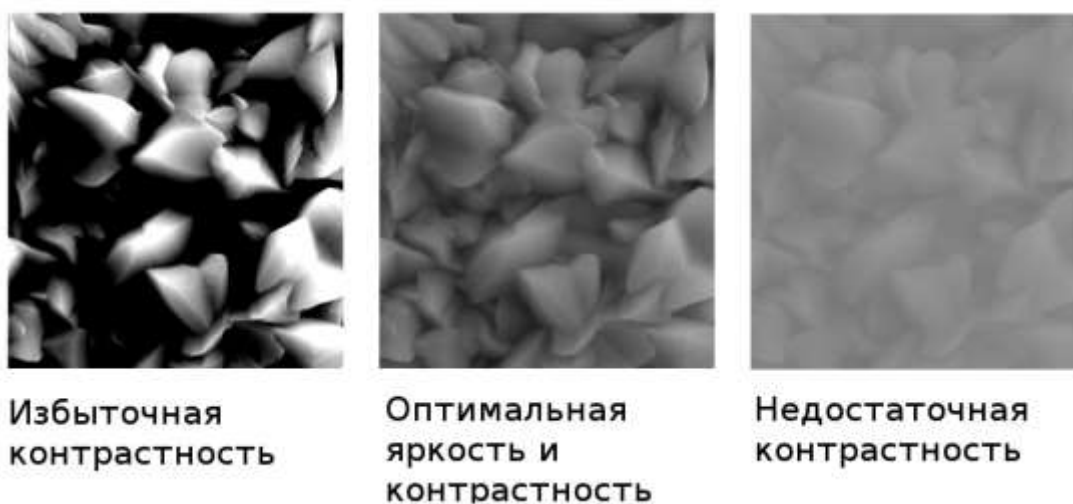


Рис. 16. Настройка яркости и контрастности.

Качество изображения в СЭМ сильно зависит от *скорости 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).

Вероятность зарегистрировать  $N$  электронов за время  $t$  будет определяться распределением Пуассона, для которого известно соотношение среднеквадратичного отклонения к среднему значению  $\frac{\Delta N}{N} = \frac{1}{\sqrt{at}}$ , где  $a$  – вероятность регистрации одного электрона в единицу времени.

Увеличение времени накопления сигнала (уменьшение скорости

сканирования) приводит к уменьшению зашумленности изображения, однако необходимо помнить, что воздействие электронным пучком в течение длительного времени может привести к необратимым изменениям в исследуемом образце.



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

Одним из факторов, приводящих к искажению изображения, является *накопление электрического заряда*. Электроны, используемые в СЭМ для воздействия на образец имеют отрицательный электрический заряд, который накапливается в образце в процессе сканирования. Часть отрицательного заряда уносится отраженными и вторичными электронами. Если образец имеет достаточную проводимость, то проблема накопления заряда решается путем заземления образца. Устройство СЭМ предусматривает заземление столика микроскопа, а заземление образца выполняется при закреплении образца на столик.

В случае *непроводящего (диэлектрического) образца* происходит накопление отрицательного заряда в приповерхностной области. Это приводит к локальному изменению 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, что приводит к формированию изображения окружающих деталей камеры микроскопа вместо изображения образца.

Существует три основных способа устранения влияния накопленного заряда: *подбор ускоряющего напряжения, нанесение проводящего покрытия и использование низкого вакуума.*

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

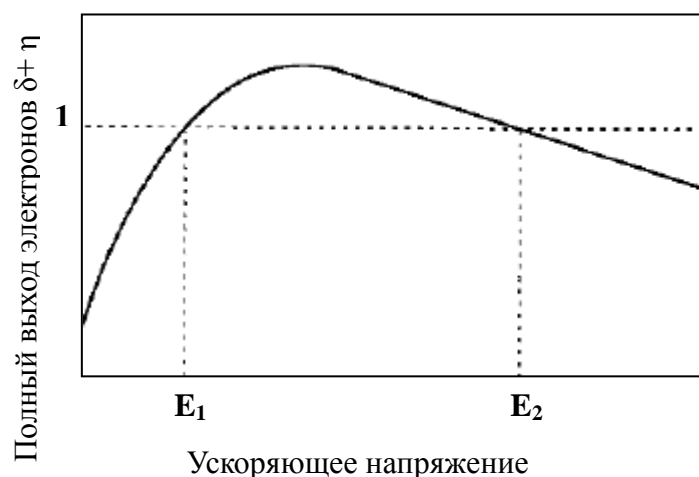


Рис. 19. Зависимость полного выхода электронов от ускоряющего напряжения.

При значениях ускоряющего напряжения, лежащих между  $E_1$  и  $E_2$ , происходит положительная зарядка поверхности образца, что приводит к эффективному уменьшению величины  $\delta$ , 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* приводит к увеличению проводимости образца и удалению заряда с помощью заземления. Как правило, используется напыление в вакууме пленок благородных металлов, либо углерода. Необходимо помнить, что 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 воздействии

электронного пучка на молекулы 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.

*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 лимитируют 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?

### **Литература**

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.

## **Лабораторная работа № 1.**

### **Настройка и фокусировка СЭМ. Получение изображения в режиме регистрации вторичных электронов. Определение пространственного разрешения СЭМ.**

#### **Цель работы:**

Получение электронномикроскопического изображения тестового образца и определение разрешения СЭМ.

#### **Задачи:**

- 1) Изучение конструкции и принципов работы прибора. Знакомство с программным обеспечением.
- 2) Получение навыков фокусировки и коррекции астигматизма электронного пучка. Получение СЭМ-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 сканирующей 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.

### *Практические рекомендации по получению изображения*

Хорошо сфокусированный электронный пучок обеспечивает максимальное пространственное разрешение, доступное для используемого электронного микроскопа. Принцип коррекции астигматизма состоит в изменении преломляющей способности электронных линз по двум перпендикулярным направлениям (X и Y) с помощью управляющего напряжения, подаваемого на пластины стигматора - специального устройства, расположенного в электронно-оптической колонне.

#### *Фокусировка.*

Вначале, с помощью управляющей программы устанавливаются нулевые значения параметров «астигматизм» для осей X и Y. Далее, изменяя параметр «фокус» с помощью средств программного обеспечения микроскопа, добиваются максимально сфокусированного изображения поверхности образца. Если не удастся сфокусировать электронный луч на поверхности образца, попробуйте уменьшить увеличение прибора до минимального значения. После завершения процесса фокусировки с помощью управляющей программы выбирается требуемое значение увеличения. Изменение увеличения приводит к незначительной расфокусировке изображения, что исправляется коррекцией фокусного расстояния.

#### *Компенсация астигматизма.*

Компенсация астигматизма производится поочередно по осям X и Y на «живом» изображении. Признаком правильно скомпенсированного астигматизма является отсутствие искажений изображения при колебании фокуса: изображение должно равномерно размываться.

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

Размер электронного зонда очень сильно зависит от типа излучения, регистрируемого в СЭМ, поскольку разным типам излучения соответствуют

различные части области взаимодействия первичного пучка с образцом. Например, при регистрации рентгеновского излучения размер зонда сравним с размером всей области взаимодействия, диаметр которой составляет несколько микрон. Наименьший диаметр электронного зонда, сравнимый с размером пятна на поверхности образца, получается при регистрации вторичных электронов.

Невозможно достичь пространственного разрешения меньшего, чем размер той части области взаимодействия, из которой выходит детектируемое излучение. Отсюда можно определить *предельное пространственное разрешение СЭМ* как минимальный размер электронного зонда, сигнал взаимодействия которого с образцом может быть зарегистрирован.

#### *Определение пространственного разрешения СЭМ по резкости края*

Наиболее прямым способом определения пространственного разрешения сканирующего электронного микроскопа является наблюдение частиц с размерами равными указанной величине разрешения. Однако, ввиду того что у современных электронных микроскопов предел пространственного разрешения составляет 1 – 2 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:

$$I(x) = \int_{-x}^{\infty} \int_0^{\infty} j \sqrt{x^2 + y^2} dx dy ,$$

где  $j$  – плотность тока 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, такое как Gatan DigitalMicrograph или Zeiss SmartSEM. Пример определения пространственного разрешения СЭМ по резкости края приведен на рис. 1.

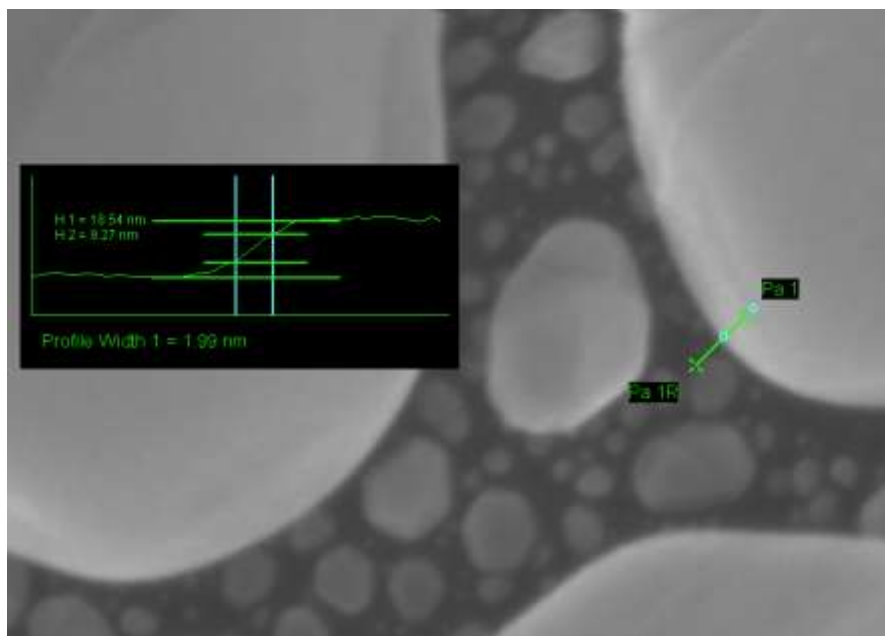


Рис. 1. Определение пространственного разрешения по резкости края частиц золота на углероде

### Задание

1. Выберите проводящий образец, содержащий множество мелких деталей, сопоставимых по размеру с паспортным пространственным разрешением вашего микроскопа (стандартный образец золота, напыленного на графитовую шайбу) 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 определите величину пространственного разрешения по резкости краев элементов поверхности образца. Для достоверности определяемых значений статистическая выборка должна содержать не менее 10 профилей сигнала для каждого снимка.
5. Для каждого из полученных снимков определите отношение сигнал/шум.

**Отчет** должен содержать:

- 1) Снимки тестового образца и соответствующие профили сигнала вторичных электронов
- 2) Зависимость разрешения, определенного по резкости края от ускоряющего напряжения
- 3) Зависимость отношения сигнал/шум от параметров микроскопа
- 4) Выводы

## **Лабораторная работа № 2.**

### **Определение элементного состава образца методом рентгеновского микроанализа**

#### **Цель работы:**

Определение качественного элементного состава исследуемого образца методом рентгеновского микроанализа в сканирующем электронном микроскопе.

#### **Задачи:**

- 1) Изучение конструкции и принципов работы прибора детектора рентгеновского излучения. Знакомство с программным обеспечением.
- 2) Получение спектрального распределения рентгеновского излучения, возбуждаемого электронным пучком.
- 3) Определение элементного состава по положению максимума характеристических линий излучения.

Перед началом работы необходимо ознакомиться с теоретическими основами сканирующей электронной микроскопии, а также с руководством по эксплуатации сканирующего электронного микроскопа, руководством по работе с детектором рентгеновского излучения и соответствующим программным обеспечением.

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

*Практические рекомендации по получению спектра характеристического рентгеновского излучения.*

Для регистрации характеристического рентгеновского излучения в данной работе используется кремний-дрейфовый энергодисперсионный детектор. Одним из важных параметров спектрального распределения является соотношение сигнал/шум, которое определяется величиной сигнала, зарегистрированного детектором в единицу времени и временем накопления спектра. Величина сигнала, регистрируемого в единицу времени, определяется в свою очередь интенсивностью рентгеновского излучения, эмитируемого образцом, и эффективностью его регистрации детектором. Интенсивность возбуждаемого рентгеновского излучения определяется, для заданного материала, энергией электронов возбуждающего пучка и током пучка. Необходимым условием эффективной регистрации является соблюдение оптимальной геометрии расположения образца относительно детектора, обеспечивающей максимальный телесный угол сбора сигнала. Необходимо также отметить, что неограниченное увеличение числа квантов рентгеновского излучения, попадающих на детектор, может привести к совпадению по времени, генерируемых импульсов тока, что повлечет за собой некорректную интерпретацию полученных данных. Таким образом, для получения спектра, необходимо расположить образец оптимально по отношению к детектору и выбрать величину энергии и тока пучка, которым соответствует наилучшее соотношение сигнал/шум.

Основным параметром для оценки выбранных условий возбуждения и регистрации является время простоя детектора («мертвое время»). Время простоя детектора – время необходимое для восстановления системы детектирования после регистрации рентгеновских квантов, выражаемое в процентах от полного времени регистрации сигнала. Увеличение интенсивности регистрируемого излучения приводит к увеличению «мертвого



времени». Это означает, что увеличение интенсивности выше определенного значения не приводит к заметному уменьшению времени, требуемого для регистрации спектра с заданным соотношением сигнал/шум, поскольку доля времени, затраченная на регистрацию полезного сигнала, уменьшается.

### **Задание**

1. Получите у преподавателя и установите в камеру электронного микроскопа образец для анализа.
2. Включите ускоряющее напряжение. Отъюстируйте электронно-оптическую систему микроскопа. Добейтесь наиболее резкого и сфокусированного изображения поверхности.
3. Для нескольких значений ускоряющего напряжения запишите спектр рентгеновского излучения, испускаемого образцом.
4. Получите спектр рентгеновского излучения для нескольких значений тока пучка, определяя величину «мертвого времени» для каждого спектра, повторите измерения для трех значений ускоряющего напряжения.
5. Выберите оптимальный спектр характеристического рентгеновского излучения образца и по положению максимумов линий характеристического излучения определите элементный состав образца.

**Отчет** должен содержать:

- 1) Схему регистрации рентгеновского излучения в СЭМ
- 2) Спектры рентгеновского излучения
- 3) Зависимости интенсивности всех характеристических линий от энергии электронов, возбуждающего пучка

- 4) Зависимость «мертвого времени» и соотношения сигнал/шум от параметров электронного пучка
- 5) Интерпретацию всех наблюдаемых в спектре линий и элементный состав образца
- 6) Выводы

## **Лабораторная работа № 3.**

### **Исследование диэлектрического материала методами сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа**

#### **Цель работы:**

Получение электронно-микроскопического изображения поверхности диэлектрического образца и определение его элементного состава методом рентгеновского микроанализа в сканирующем электронном микроскопе

#### **Задачи:**

- 1) Изучение особенностей исследования диэлектрических материалов в сканирующем электронном микроскопе.
- 2) Получение изображения поверхности образца.
- 3) Получение спектрального распределения рентгеновского излучения
- 4) Определение элементного состава по положению максимума характеристических линий излучения.

Перед началом работы необходимо ознакомиться с теоретическими основами сканирующей электронной микроскопии, а также с руководством по эксплуатации сканирующего электронного микроскопа, руководством по работе с детектором рентгеновского излучения и соответствующим программным обеспечением.

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

## *Практические рекомендации по работе с диэлектриками в СЭМ*

Проводимость поверхности является важным требованием для эффективного наблюдения образца в сканирующем электронном микроскопе. Если поверхность образца электрически изолирована от заземления, то со временем она становится отрицательно заряженной, и этот заряд начинает влиять на электроны первичного пучка, что приводит к искажениям на изображении. Для устранения негативного влияния заряда используется работа в режиме низких ускоряющих напряжений, нанесение проводящих покрытий и компенсация зарядом противоположного знака. В режиме низких ускоряющих напряжений основным условием снятия заряда является равенство единице суммарного коэффициента выхода электронов, для обеспечения которого необходимо подбирать энергию электронов, ток и наклон пучка. Нанесение проводящих покрытий обеспечивает электрический контакт поверхности образца с подложкой, подбор материала для покрытия и его толщины выбирается исходя из особенностей объектов и применяемых методов исследования. Использование режима низкого вакуума позволяет работать с непроводящими образцами без дополнительной обработки, компенсация заряда осуществляется за счет положительных ионов газа, образующихся под действием электронного пучка.

### **Задание**

1. Получите у преподавателя и установите в камеру электронного микроскопа диэлектрический образец диэлектрический образец и прочно закрепите его на держателе, подходящем для установки в ваш микроскоп.
2. Включите ускоряющее напряжение. Отъюстируйте электронно-оптическую систему микроскопа. Добейтесь наиболее резкого и сфокусированного изображения поверхности.

3. Получите и сохраните изображения образца при различных значениях ускоряющего напряжения.
4. Запишите спектр рентгеновского излучения, испускаемого образцом, для нескольких значений ускоряющего напряжения.
5. Извлеките образец из камеры микроскопа и под контролем преподавателя нанесите на него проводящее покрытие толщиной несколько нм, методом вакуумного напыления. Установите образец в микроскоп. Сфокусируйтесь на поверхности образца. Получите и сохраните изображение поверхности образца.
6. Получите и сохраните изображения образца при различных значениях ускоряющего напряжения.
7. Запишите спектр рентгеновского излучения, испускаемого образцом, для нескольких значений ускоряющего напряжения.
8. Выберите оптимальный спектр характеристического рентгеновского излучения образца и по положению максимумов линий характеристического излучения определите элементный состав образца.

**Отчет** должен содержать:

- 1) Снимки тестового образца
- 2) Спектры рентгеновского излучения
- 3) Интерпретацию всех наблюдаемых в спектре линий и элементный состав образца
- 4) Выводы

## Лабораторная работа № 4.

### Определение количественного элементного состава образца методом рентгеновского микроанализа

#### Цель работы:

Определение количественного элементного состава исследуемого образца методом рентгеновского микроанализа в сканирующем электронном микроскопе.

#### Задачи:

- 1) Изучение особенностей количественного рентгеновского микроанализа. Знакомство с программным обеспечением.
- 2) Получение спектрального распределения рентгеновского излучения, возбуждаемого электронным пучком.
- 3) Определение элементного состава по положению максимума характеристических линий излучения.
- 4) Определение количественного элементного состава

Перед началом работы необходимо ознакомиться с теоретическими основами сканирующей электронной микроскопии, а также с руководством по эксплуатации сканирующего электронного микроскопа, руководством по работе с детектором рентгеновского излучения и соответствующим программным обеспечением.

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

*Практические рекомендации по определению количественного состава материалов методом рентгеновского микроанализа в СЭМ.*

Детектирование характеристического рентгеновского излучения позволяет проводить как качественный анализ, измеряя энергии линий характеристического излучения, так и количественный анализ, измеряя относительную интенсивность линий. При этом переход от качественного анализа к количественному не всегда прост по ряду причин. К числу таких причин относятся в частности наличие тормозного излучения, эффект флуоресценции, ошибки измерения интенсивности, связанные с влиянием морфологии поверхности образца на возбуждение и поглощение рентгеновского излучения. В первом приближении интенсивности характеристических линий считаются пропорциональными концентрации химических элементов, и для определения концентрации используется отношение интенсивностей линий измеренных на исследуемом образце к интенсивностям линий измеренных на стандарте с известной концентрацией элементов. Для учета эффектов поглощения, флуоресценции и влияния состава на генерацию рентгеновского излучения проводится коррекция методом ZAF. Здесь Z – означает эффекты, связанные с изменением среднего атомного номера, A – поглощение (adsorbtion), а F – флуоресценцию. Способы расчета этих поправок могут варьироваться, однако необходимо отметить, что, как правило, при расчете используется модель плоского однородного образца. Таким образом, для получения максимальной точности количественного рентгеновского микроанализа, необходимо использовать полированный образец, неоднородности распределения элементов в котором, имеют масштаб существенно больше объема генерации рентгеновского излучения.

### **Задание**

1. Получите у преподавателя образец с полированной поверхностью и образец неправильной формы.

2. Установите в камеру электронного микроскопа образец с полированной поверхностью. Включите ускоряющее напряжение. Отъюстируйте электронно-оптическую систему микроскопа. Добейтесь наиболее резкого и сфокусированного изображения поверхности.
3. Выберите оптимальные значения тока электронного пучка и ускоряющего напряжения и запишите спектр рентгеновского излучения, испускаемого образцом.
4. Используя соответствующее программное обеспечение, определите количественный состав образца.
5. Повторите пункты 2. - 4. для образца неправильной формы.
6. Сравните полученные результаты для разных образцов.

**Отчет** должен содержать:

- 1) Схему регистрации рентгеновского излучения в СЭМ
- 2) Спектры рентгеновского излучения
- 3) Интерпретацию всех наблюдаемых в спектре линий и элементный состав образцов
- 4) Количественный состав образцов
- 5) Выводы