

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского**

# Растровая электронная микроскопия

Учебное пособие

Рекомендовано методической комиссией физического факультета для  
студентов ННГУ, обучающихся по направлениям подготовки:  
03.03.02 «Физика» и 03.04.02 «Физика»

Нижний Новгород

2020

УДК 620.187(075.8)  
С 22

САХАРОВ Н. В. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ: учебное пособие / Н.В. Сахаров, М.А. Фаддеев; под ред. В.Н. Чувильдеева – Н. Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2020. – 96 с.

Рецензент: канд. физ.-мат. наук, н.с. ИФМ РАН Д.А. Татарский

Учебное пособие содержит последовательное изложение физических основ растровой электронной микроскопии, принципиального устройства растрового электронного микроскопа и его функциональных элементов. Часть учебного пособия посвящена описанию микроскопа Jeol JSM-6490 и инструкции по его использованию в научных исследованиях. Важная дополнительная информация оформлена в виде отдельных приложений.

Данное учебное пособие предназначено для студентов физических факультетов, специализирующихся в области физики конденсированного состояния и физического материаловедения.

Ответственный за выпуск:  
председатель методической комиссии физического факультета ННГУ,  
к.ф.-м.н., доцент **А.А. Перов**

© Национальный исследовательский  
Нижегородский государственный  
университет им. Н.И. Лобачевского, 2020

## Оглавление

Введение .....	4
Глава 1 – Процессы взаимодействия электронов с атомами.....	9
Глава 2 – Физические принципы растровой электронной микроскопии.....	17
Глава 3 – Общая схема устройства растрового электронного микроскопа .....	25
Глава 4 – Построение изображения в РЭМ .....	34
Глава 5 – Общее описание растрового электронного микроскопа Jeol JSM-6490 .....	42
Глава 6 – Описание системы управления микроскопом Jeol JSM-6490 .....	48
Глава 7 – Порядок действий при работе с микроскопом Jeol JSM-6490 .....	57
Заключение .....	62
Приложение 1 – Пробоподготовка образцов .....	64
Приложение 2 – Физические процессы в детекторах электронов .....	66
Приложение 3 – Катоды – источники электронов. ....	71
Приложение 4 – Галерея изображений, полученных методом сканирующей электронной микроскопии .....	75
Словарь терминов .....	91
Список литературы.....	95

## Введение

Настоящее учебное пособие посвящено описанию методики растровой (сканирующей) электронной микроскопии. В пособии рассматриваются теоретические основы методики и приводится описание сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM-6490 в таком объеме, который позволяет получить предварительные сведения, необходимые для практической работы на приборе.

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) является одним из основных методов исследования структуры материалов. Подробное описание понятия *структура* и его связи с базовыми понятиями материаловедения дано в [1].

Основной характеристикой какого-либо элемента структуры является его размер. Характерные размеры элементов структуры, изучаемых в материаловедении, варьируются в пределах от 0,1 нм до 1000 мкм. Для исследования структурных элементов разных размеров применяются различные исследовательские методики. Например, оптическая микроскопия используется для исследования объектов, размеры которых составляют 1 мкм и выше. К таким объектам могут относиться зерна, крупные включения второй фазы. Методика просвечивающей электронной микроскопии, как правило, используется для анализа структурных элементов размером от 0,1 нм до 1 мкм.

Диапазон размеров объектов, которые могут быть исследованы методом растровой электронной микроскопии, лежит в пределах от 0,01 мкм до 1000 мкм. Таким образом, сканирующая электронная микроскопия может быть использована для изучения структуры материалов в широком диапазоне размеров структурных элементов. Сравнение РЭМ с другими методами структурных исследований (оптической и просвечивающей электронной микроскопией) приведено в таблице 1.

Говоря о возможностях сканирующей электронной микроскопии, следует отметить, что ее применение позволяет получить не только изображение структуры материала, но и информацию о его химическом и фазовом составе, кристаллографической ориентировке зерен. Получение дополнительной информации о материале возможно в случае применения аналитических приставок к электронным микроскопам, получившим в последнее время широкое распространение. К такому оборудованию относится, например, детектор Оже-электронов, устройство для захвата и анализа картин дифракции отраженных электронов, энерго- или воднодисперсионный рентгеновский микроанализатор. Взаимосвязь перечисленных методик можно образно представить в виде дерева, изображенного на рисунке 1 и впервые приведенного в работе [2]. Изучение

этих методик невозможно без предварительного освоения принципов электронной микроскопии.

Таблица 1 – Сравнение методик оптической, сканирующей электронной и просвечивающей электронной микроскопии

Диапазон размеров структурных элементов	Возможность исследования структурных элементов указанного размера с применением данной методики		
	Оптическая микроскопия	Сканирующая электронная микроскопия	Просвечивающая электронная микроскопия
0,1 нм – 0,01 мкм	–	–	√
0,01 мкм – 1 мкм	–	√	√
1 мкм – 1000 мкм	√	√	–

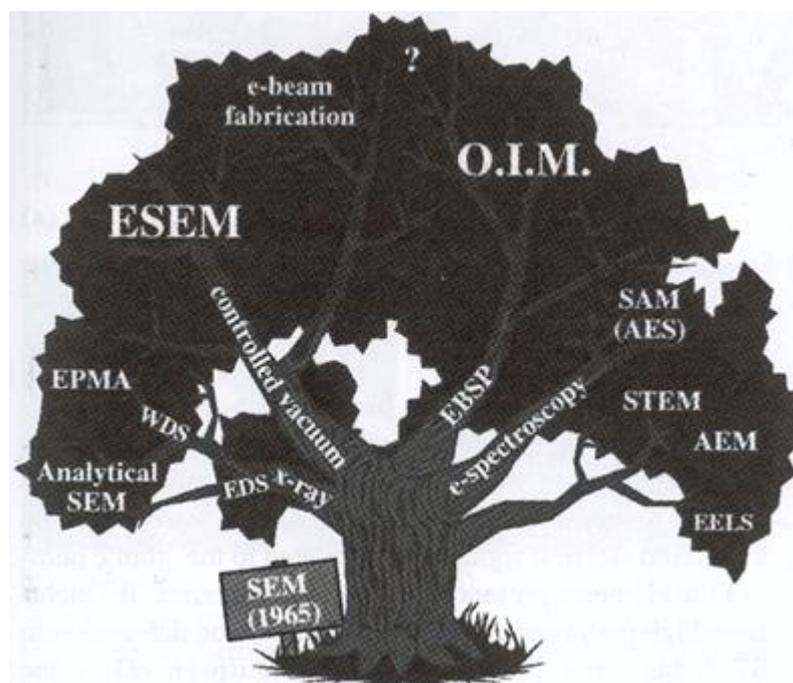


Рисунок 1 – Связь сканирующей электронной микроскопии с другими методиками (расшифровка аббревиатур приведена в словаре терминов). Знак вопроса, расположенный на вершине дерева, отражает факт непрерывного развития и совершенствования методики электронной микроскопии, приводящего к появлению новых «ответвлений» и возникновению новых методик.

Проведение структурных исследований в большинстве случаев включает себя несколько этапов: пробоподготовку образцов, получение изображения и его интерпретацию. Каждый из указанных этапов сложно рассматривать вне его связи с другими, однако, можно сказать, что вопрос интерпретации изображения – это, в большей степени, вопрос глубины знания об исследуемом материале в целом, а проблема пробоподготовки – это проблема умного освоения некоторого практического навыка. Вопрос же

получения изображения – это вопрос понимания физических основ методики электронной микроскопии. Именно он подробно рассматривается в настоящем пособии. Вопросы пробоподготовки в минимальном объеме освещены в приложении 1.

Основная задача, которая решается при получении изображения с применением методики сканирующей электронной микроскопии, заключается в оптимизации параметров режима съемки. При этом оптимальный режим должен обеспечить возможность получения изображения, подчеркивающего контраст тех элементов структуры, изучение которых предусмотрено основной целью исследования (например, зерен или основных фаз). Получение такого изображения – это нетривиальная задача. Сложность ее решения обусловлена тем, что яркость и контрастность изображения, получаемого методом РЭМ, зависит от целого ряда факторов:

- «формы» пучка электронов, падающих на образец;
- характера взаимодействия электронов с образцом;
- типа используемого детектора и физических процессов, происходящих в нем;
- локального состава в области сканирования;
- топографии поверхности образца в исследуемой области.

Зависимость яркости и контрастности получаемого изображения от каждого из указанных факторов не всегда определена достаточно строго. Именно это и делает задачу получения качественного изображения столь сложной. Рассмотрим каждый из перечисленных факторов.

Как будет показано в главах 3 и 4, результат сканирования пучком электронов по образцу существенным образом зависит от формы поперечного сечения пучка и его диаметра. Если его форма – это параметр, который можно прямо изменить и скорректировать, то диаметр пучка – это достаточно условная величина, значение которой не может быть задано непосредственно. Более того, характер изменения диаметра пучка в зависимости от изменения параметров электронно-оптической системы микроскопа в большинстве случаев может быть описан лишь качественно и существенным образом зависит от конструкции электронно-оптической системы. Заметим также, что само понятие «диаметр пучка» определено не достаточно строго, т.к. интенсивность падающих электронов, очевидно, неравномерно распределена по диаметру «пятна», которое пучок «оставляет» на образце. Таким образом, при проведении исследований методом РЭМ специалист всегда имеет дело с ситуацией, в которой точный «размер» «инструмента» воздействия на исследуемый образец – электронного пучка – является неизвестной величиной.

Попав на образец, электроны проникают в него на некоторую глубину, причем реальная разрешающая способность, определяющая возможность различить мелкие детали на изображении, во многом определяется именно глубиной проникновения электронов в образец. При этом, как будет показано в главах 1 и 2, точного аналитического выражения, по которому можно было

бы определить зависимость глубины проникновения от параметров пучка и образца, не существует. Известен лишь ряд эмпирических уравнений, с разной степенью точности предсказывающих поведение электронов в некоторых модельных объектах. Это обусловлено зависимостью формы и размеров области взаимодействия от плохо определенного фактора – состояния поверхности образца. Таким образом, точное значение разрешающей способности, строго говоря, всегда остается неизвестной величиной.

В главе 3 и Приложении 2, будет показано, что процесс измерения интенсивности электронов, «отразившихся» от образца в данной точке, также является чрезвычайно сложным. Различие яркости (и/или контрастности) точек на получаемом изображении – это, прежде всего, разность интенсивности детектированного в разных точках сигнала. Процесс детектирования (фактически, измерения интенсивности сигнала электронов) осуществляется с применением детекторов, представляющих собой сложные устройства. В процессе измерения исходный сигнал необходимо, как минимум, усилить, отфильтровать и отобразить на экране. Столь «длинный путь» от попадающих на детектор электронов до пикселя на изображении весьма затрудняет получение точной аналитической зависимости, которая связывала бы интенсивность исходного сигнала с яркостью (и/или контрастностью) точек на изображении.

В случае исследования материалов относительно низкой степени чистоты и/или многокомпонентных систем дополнительный элемент неопределенности и нестрогости привносится из-за отсутствия точной информации о степени однородности химического состава материала в области сканирования (от химического состава исследуемого образца зависит рассмотренный выше размер области взаимодействия электронов с образцом).

В случае проведения фрактографического исследования появляется неопределенность, обусловленная топографией поверхности образца. Как будет показано в главе 2, это связано с тем, что локальный угол наклона поверхности сильно влияет на размеры «пятна» электронов на поверхности и на направление движения электронов, «отражающихся» от нее. Известные техники определения локального угла наклона и восстановления глубины рельефного изображения имеют ряд существенных ограничений. Таким образом, отсутствие точных знаний о топографии поверхности является дополнительным фактором, затрудняющим получение качественного изображения с применением методики сканирующей электронной микроскопии.

Обобщая вышесказанное, можно сделать вывод, что процесс получения изображения методом сканирующей электронной микроскопии – это сложная задача, решение которой, чаще всего не может быть описано алгоритмически. Знание физических основ методики в этом случае обязательно, так как оно позволяет выбрать тактику и стратегию исследования – то есть понять, какие параметры микроскопа следует изменить на одном шаге, чтобы сделать следующий. И так, двигаясь шаг за шагом, анализируя изменения

изображения, происходящие на каждом, и корректируя параметры съемки, найти оптимальный режим съемки и получить правильное изображение.

## Глава 1 – Процессы взаимодействия электронов с атомами

Как уже отмечалось во введении, одним из этапов исследования структуры с применением методики растровой электронной микроскопии является получение изображения. В самом общем виде схема получения изображения заключается в облучении исследуемой области потоком электронов и последующей регистрации сигнала, получаемого в результате взаимодействия электронов с образцом. Это означает, что для адекватной интерпретации полученного изображения необходимо понимать физические основы процессов, описывающих взаимодействие электронов с атомами исследуемого образца. Этому вопросу и посвящена настоящая глава.

Важно отметить, что особенности процессов взаимодействия электронов с атомами существенно зависят от энергии электронов. В электронной микроскопии рассматриваются электроны с кинетическими энергиями  $E_e$  в несколько десятков килоэлектрон-вольт. Такие электроны можно называть быстрыми, т.к. их энергия  $E_e$  на 3 порядка больше энергии ионизации атомов. С другой стороны, эта энергия  $E_e$  значительно меньше энергии покоя электрона  $m_e c^2 = 511$  кэВ ( $m_e$  – масса покоя электрона,  $c$  – скорость света). Следовательно, такие электроны являются нерелятивистскими.

Рассмотрим далее процессы взаимодействия таких электронов с атомами.

### 1.1. Упругое рассеяние.

Электроны с кинетической энергией порядка десятков кэВ способны пронзить электронные оболочки атома и упруго рассеяться на атомном ядре. В первом приближении такой процесс можно рассматривать как кулоновское взаимодействие точечных зарядов. При этом дифференциальное сечение упругого рассеяния электронов выражается формулой Резерфорда [3]

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{Ze^2}{E} \right)^2 \frac{1}{4\sin^4(\theta/2)} \quad (1.1)$$

где  $\sigma$  – сечение рассеяния, измеряемое в единицах площади,  $\Omega$  – телесный угол,  $Ze$  – заряд ядра атома,  $E$  – энергия электрона,  $\theta$  – угол рассеяния.

Видно, что сечение рассеяния квадратично растёт с порядковым номером химического элемента  $Z$  облучаемого вещества и уменьшается обратно пропорционально квадрату энергии электрона. Угловое распределение упруго рассеянных электронов очень неоднородно. Дифференциальное сечение (1.1) и, следовательно, вероятность рассеяния резко уменьшается с ростом угла  $\theta$ .

Однако, формула (1.1) даёт абсурдное значение при угле  $\theta = 0$ . Дело в том, что при малых углах рассеяния следует учитывать волновые свойства электрона. При данной кинетической энергии электрона его длина волны де

Бройля  $\lambda$  значительно превышает размер ядра. Например, при энергии  $E = 10$  кэВ длина волны  $\lambda \approx 10^{-9}$  см, при  $E = 50$  кэВ  $\lambda \approx 5 \cdot 10^{-10}$  см. Следовательно, описание упругого рассеяния с помощью формулы Резерфорда (1.1) является приближенным и ограниченным.

Тем не менее, анализ экспериментальных результатов показывает, что в большинстве актов рассеяния значения углов  $\theta$  не превышают  $5^\circ$ . Можно утверждать, что при упругом рассеянии электроны отклоняются на малые углы.

Перед актом рассеяния вполне можно полагать ядро неподвижным. При упругом рассеянии ядро получает импульс, величина которого лежит в интервале от нуля до величины

$$P_m = \frac{2Mp_e}{M + m_e}, \quad (1.2)$$

где  $M$  – масса атомного ядра,  $p_e$  – модуль импульса электрона до рассеяния [4]. Следовательно, ядро после столкновения приобретает кинетическую энергию, равную, в среднем

$$E_N = \frac{2Mm_e}{(M + m_e)^2} E,$$

где  $E$  – кинетическая энергия электрона до рассеяния.

Так как массы атомных ядер превышают массу электрона на несколько порядков, предыдущая формула упрощается:

$$E_N = \frac{2m_e}{M} E \quad (1.3)$$

Это означает, что из-за  $M \gg m_e$  ядро при упругом столкновении получает лишь малую долю начальной кинетической энергии электрона. Более подробный анализ [4] позволяет связать энергию рассеянного электрона с углом рассеяния следующей приближенной формулой:

$$E' = \frac{1 + 2(m_e / M) \cos(\theta)}{1 + 2(m_e / M)} E \quad (1.4)$$

Расчёты показывают, что при малых (наиболее вероятных) углах упругого рассеяния (вплоть до  $8^\circ$ ) относительная потеря энергии электроном при взаимодействии с легкими атомами не превышает  $10^{-6}$ , а при взаимодействии с тяжелыми – ещё меньше. Иными словами, в каждом акте упругого рассеяния электрон теряет малую долю своей энергии.

## 1.2. Неупругое рассеяние и сопутствующие процессы.

Существует несколько физических механизмов неупругого рассеяния электронов. Некоторые из описанных ниже механизмов характерны в основном для металлов, другие происходят в любых материалах.

Для ясности дальнейшего изложения будем называть *первичными* те электроны, которые выходят из электронной пушки и направлены на исследуемый образец.

Общим для всех процессов неупругого рассеяния является то, что первичный электрон теряет значительную долю своей энергии.

### 1.2.a. Ионизация внутренних электронных оболочек атомов.

В первом приближении энергия ионизации внутренних электронных оболочек атома химического элемента с порядковым номером  $Z$  удовлетворительно описывается формулой

$$E_n = Ry (Z - S_n)^2 \quad (1.5)$$

где  $n$  – главное квантовое число оболочки,  $Ry \approx 13,6$  эВ – характерная энергия Ридберга. Параметр  $S_n$  называется постоянной экранирования. Для  $K$ -оболочки ( $n = 1$ ) постоянная  $S_1 \approx 1$ ; для  $L$ -оболочек ( $n = 2$ ) величина  $S_2$  зависит от номера химического элемента и принимает значение в интервале от 3 до 4; для  $M$ -оболочек ( $n = 3$ ) параметр  $S_3$  принимает значение порядка 10.

Если кинетическая энергия первичного электрона  $E_e$  превышает одну из величин (1.5), то происходит его неупругое рассеяние с ионизацией соответствующей оболочки атома. В этом процессе первичный электрон теряет энергию и появляется ещё один свободный электрон, как правило, небольшой энергии.

При достаточной энергии  $E_e$  наибольшую вероятность имеет ионизация оболочки с минимальным значением главного квантового числа  $n$ , т.е. превалирует процесс с максимальной потерей энергии первичного электрона.

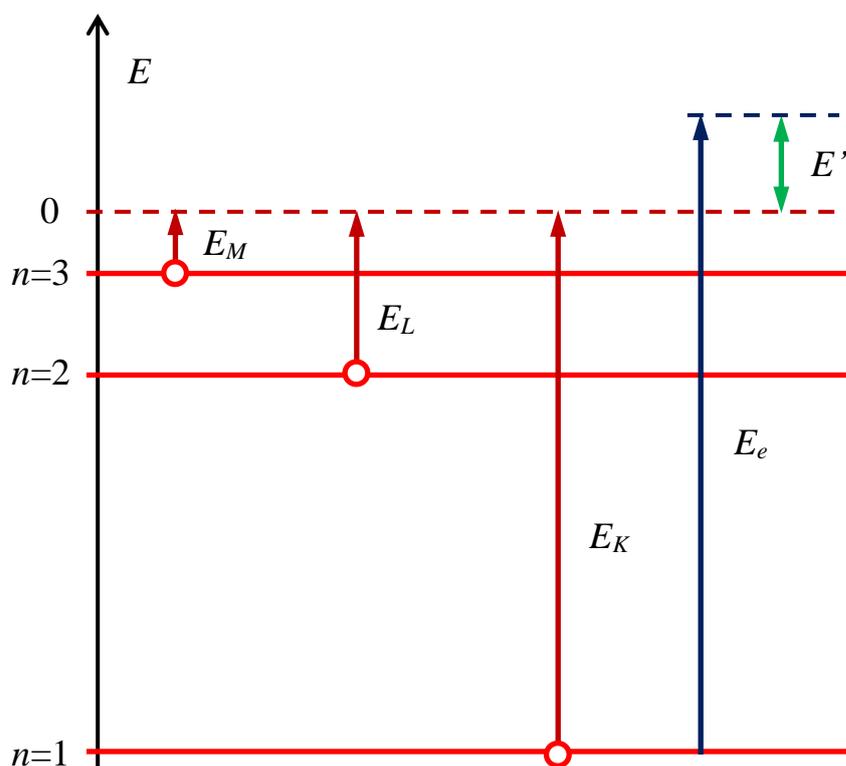


Рисунок 1.1 – Энергетическая схема ионизации электронных оболочек атомов.

Красные горизонтали – энергетические уровни состояний внутриатомных электронов с соответствующими главными квантовыми числами  $n$ ;

$0$  – энергия свободного неподвижного электрона;

$E_K, E_L, E_M$  – энергии возбуждения  $K$ -,  $L$ - и  $M$ -оболочек (из основного состояния);

$E_e$  – кинетическая энергия первичного электрона;

$E'$  – энергия рассеянного электрона после ионизации  $K$ -оболочки.

После ионизации внутренней электронной оболочки практически мгновенно происходит заполнение вакансии электроном того же атома с более высокого энергетического уровня. Это осуществляется одним из двух альтернативных процессов: генерацией фотона или испусканием электрона Оже.

Энергия испущенного фотона равна разности энергий  $\Delta E$  стационарных состояний, между которыми произошёл переход электрона.

$$\Delta E = E_m - E_n, \quad (1.6)$$

где  $E_m$  – энергия уровня, с которого переходит электрон, заполняющий вакансию. Длина волны таких фотонов для большинства атомов попадает в типичный рентгеновский диапазон. Дискретный набор энергетических уровней электронов атома обуславливает дискретный спектр излучения,

которое называется характеристическим рентгеновским (ХРИ). Термин «характеристический» означает, что спектр индивидуален для каждого химического элемента, поэтому его регистрация может быть использована для элементного анализа.

Альтернативным по отношению к процессу флуоресценции является процесс эмиссии электрона Оже. Схема его генерации показана на рисунке 1.2.

В процессе Оже энергия  $\Delta E$  передаётся одному из внешних электронов атома. Энергия ионизации внешнего электрона гораздо меньше величины  $\Delta E$ . Следовательно, электрон Оже вылетит из атома с большой кинетической энергией (рисунок 1.2).

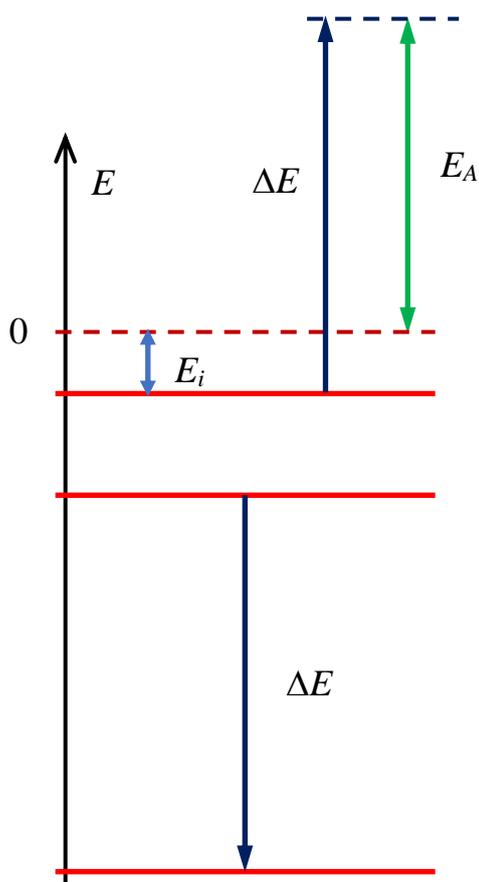


Рисунок 1.2 – Энергетическая схема процесса Оже.

Красные горизонталы – энергетические уровни состояний внутриатомных электронов;  
 0 – энергия свободного неподвижного электрона;  
 $\Delta E$  – энергия, высвобождаемая при заполнении вакансии во внутренней оболочке и передаваемая внешнему электрону;  $E_i$  – энергия ионизации внешнего электрона атома;  
 $E_A$  – кинетическая энергия электрона Оже.

Таким образом, процесс Оже даёт некоторый дополнительный вклад во множество быстрых электронов, распространяющихся в исследуемом образце. Однако, следует помнить, что вероятность эмиссии Оже-электронов существенна лишь для химических элементов с малым порядковым номером  $Z$ . Для остальных элементов заполнение электронных вакансий происходит путем излучения фотонов.

### 1.2.б. Тормозное излучение.

Электроны с энергией в десятки кэВ, проникая внутрь атома, не только ионизируют внутренние электронные оболочки, но и, как было показано выше, вступают в кулоновское взаимодействие с атомным ядром. Ускорение, полученное электронами под действием силы Кулона, вызывает генерацию тормозного рентгеновского излучения. Спектр такого излучения непрерывный. Интегральная интенсивность тормозного излучения пропорциональна квадрату ускоряющего напряжения  $U$  и порядковому номеру химического элемента  $Z$ .

Спектр тормозного излучения обладает резкой коротковолновой границей  $\lambda_{\min}$  (рисунок 1.3). Максимальная энергия тормозного излучения равна кинетической энергии первичного электрона  $E_e$ , которая, в свою очередь определяется ускоряющим напряжением  $U$ . Таким образом, коротковолновая граница спектра тормозного излучения выражается формулой:

$$\lambda_{\min} = \frac{2\pi c\hbar}{eU}. \quad (1.7)$$

Очевидно, что коротковолновая граница не зависит от физических характеристик вещества, в котором происходит торможение электронов.

Согласно теоретической электродинамике, при  $\lambda > \lambda_{\min}$  спектральная интенсивность тормозного излучения сначала возрастает с ростом длины волны  $\lambda$ , а затем стремится к некоторому предельному значению. Экспериментальные исследования дают «горбатый» вид спектра (рисунок 1.3). Причина формирования спектра такого вида заключается в том, что фотоны с большой длиной волны (т.е. с малой энергией) имеют очень малую длину пробега и поглощаются до попадания в регистрирующее устройство.

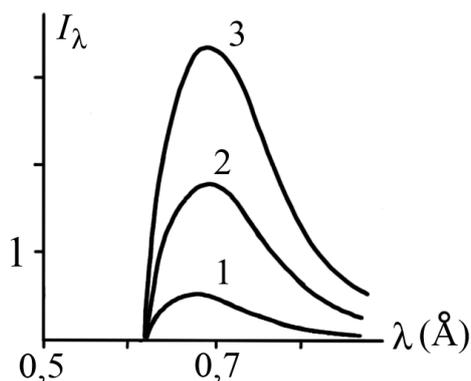


Рисунок 1.3 – Спектры тормозного излучения для разных материалов при одинаковом ускоряющем напряжении и одинаковом токе электронов.  
1 – алюминий, 2 – молибден,  
3 – платина.

### 1.2.в. Возбуждение фононов.

Значительная доля энергии первичных электронов затрачивается на возбуждение фононов в облучаемом веществе. Иными словами, кинетическая энергия электронов передаётся колебаниям атомов. Увеличение амплитуды

колебаний атомов относительно положений их равновесия выражается в росте температуры облучаемого образца. При большом токе пучка и малом размере образца нагрев может достигать нескольких десятков градусов.

### 1.2.г. Эмиссия электронов проводимости.

Для металлов важным процессом является взаимодействие первичных электронов с электронами проводимости. В результате этого взаимодействия электроны проводимости, получив дополнительную энергию, могут выйти из поверхности металла и стать свободными. Такие частицы в электронной микроскопии называются вторичными электронами. Спектр вторичных электронов – непрерывный.

Энергия связи электронов проводимости в металле (часто называемая работой выхода  $A_e$ ) мала и составляет несколько электрон-вольт. Однако экспериментальные исследования показывают, что, несмотря на относительно большую кинетическую энергию первичных электронов (порядка десятка кэВ), большинство вторичных электронов имеют энергии в диапазоне от нуля до десятков электрон-вольт. Это означает, что в данном процессе электроны проводимости получают малую часть энергии первичных.

### 1.2.д. Возбуждение плазмонов.

При попадании в металл первичные электроны возбуждают в ансамбле электронов проводимости коллективные колебания, которые описываются квазичастицами – плазмонами. Их энергия  $\hbar\omega_p$  пропорциональна плазменной частоте  $\omega_p$ , которая выражается формулой:

$$\omega_p = \sqrt{\frac{4\pi n_e e^2}{m_e}} \quad (1.9)$$

где  $n_e$  - концентрация электронов проводимости. Расчёты показывают, что для большинства металлов плазменные частоты лежат в диапазоне сотен и тысяч терагерц.

Генерирование плазмонов в металле составляет существенную долю неупругих потерь энергии первичных электронов.

### 1.2.е. Образование электронно-дырочных пар.

В неметаллах при комнатной температуре энергетическая зона проводимости пуста, так как отделена от валентной зоны запрещенной зоной шириной в несколько электрон-вольт. Первичный электрон, попав в вещество, может передать валентному электрону энергию, превышающую ширину запрещенной зоны. Валентный электрон переходит в зону проводимости, а в

валентной зоне освобождается одноэлектронное состояние, т.е. образуется «дырка».

Через некоторое время происходит рекомбинация: электрон из зоны проводимости заполняет «дырку», а потеря энергии может компенсироваться разными способами, в том числе образованием фотона. Такой процесс называется люминесценцией.

Следует иметь в виду, что образование электронно-дырочной пары и люминесценция могут быть результатами различных физических процессов. Люминесценция, инициированная потоком электронов, была названа катодолюминесценцией (в соответствии с историческим названием потоков электронов, которые назывались катодными лучами). Длины волн катодолюминесценции лежат в ультрафиолетовом и видимом диапазоне электромагнитного излучения.

Практическая значимость катодолюминесценции заключается в том, что её регистрация даёт дополнительную информацию к результатам растровой электронной микроскопии.

Как будет показано ниже, для получения изображений в методике РЭМ используются электроны, генерируемые в результате упругого рассеяния (такие электроны называют отраженными) и неупругого рассеяния (вторичные электроны). Физические основы других процессов, рассмотренных в главе 1, используются в качестве базиса для большинства методик исследования, реализованных в виде аналитических приставок к электронным микроскопам.

## Глава 2 – Физические принципы растровой электронной микроскопии

Решение задач растровой электронной микроскопии базируется на физических процессах взаимодействия электронов с атомами вещества, описанных в предыдущей главе. Результатом взаимодействия первичных электронов с образцом являются потоки электронов, выходящих из образца. Выходящие из образца электроны захватываются регистрирующими устройствами (детекторами) и используются для формирования изображения, которое несёт информацию о микроструктуре исследуемого объекта. Особенности взаимодействия электронов с атомами определяют размеры области, с которой поступает информация. В главе 2 подробно рассматриваются вопросы, связанные с размерами этой области и характеристиками регистрируемых электронов.

Если параметры пучка первичных электронов (энергия, монохроматичность, сила тока, диаметр пучка, угловая расходимость) устанавливаются аппаратным путем (задаются оператором), то характеристики выходящих электронов определяются процессами внутри образца. Как было описано выше, эти процессы подразделяются на упругие и неупругие. В результате упругих рассеяний электроны резко изменяют направление движения и мигрируют внутри образца по сложным траекториям, теряя малую часть своей энергии. При неупругих процессах энергия электронов, напротив, быстро уменьшается.

Область пространства, в которой первичные электроны взаимодействуют с веществом, создавая потоки частиц и излучения, выходящих обратно из поверхности образца, называется *областью взаимодействия*. Физические характеристики регистрируемых электронов в методе РЭМ дают информацию именно об области взаимодействия исследуемого материала.

Проведённый в главе 1 анализ процессов взаимодействия электронов с атомами показывает, что размер и форма области взаимодействия существенно зависят от атомного номера исследуемого вещества и от энергии первичных электронов. Это подтверждается результатами экспериментальных исследований [5].

Для материалов с невысоким атомным номером область взаимодействия имеет грушевидную форму (см. рисунок 2.1.а). В таком веществе для первичных электронов превалирует неупругое рассеяние, при котором углы рассеяния малы и электроны проникают вглубь образца. С потерей энергии начинает преобладать упругое рассеяние и электроны, отклоняясь на большие углы, мигрируют, заполняя грушевидный объём.

Для веществ с большим атомным номером основным процессом взаимодействия первичных электронов с образцом является упругое рассеяние. В каждом столкновении электроны отклоняются на большие углы, что приводит к уменьшению глубины проникновения в образец. Как результат, область взаимодействия приобретает форму сферического сегмента (см. рисунок 2.1.б).

Малый атомный номер

Большой атомный номер

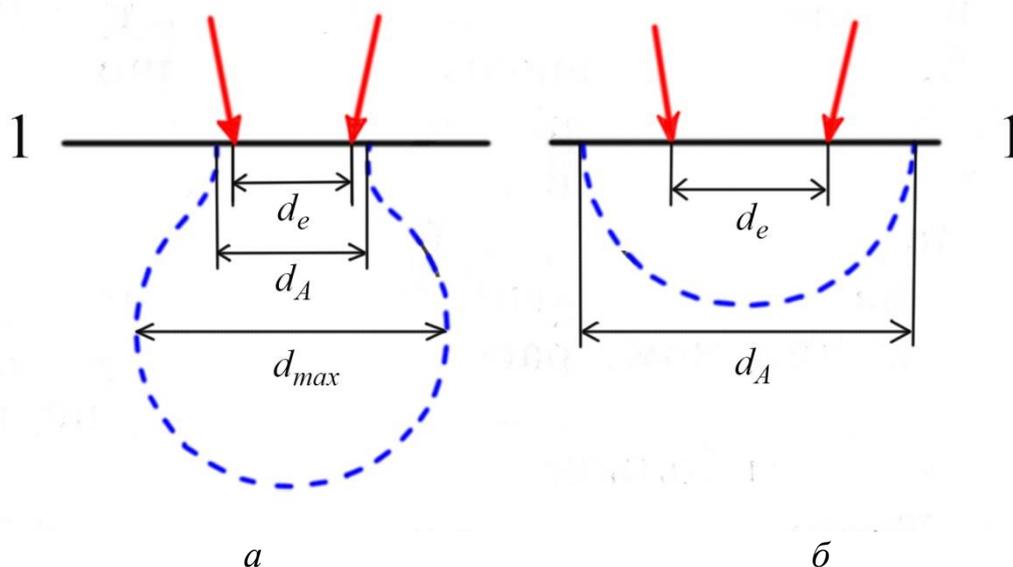


Рисунок 2.1 – Сечение области взаимодействия.

а) вещество с малым атомным номером; б) вещество с большим атомным номером.

1 – граница поверхности облучаемого образца.

Синяя штриховая линия ограничивает область взаимодействия,  $d_e$  – диаметр электронного пучка на поверхности образца,  $d_A$  – диаметр области взаимодействия.

В методике РЭМ важной характеристикой является диаметр области на поверхности образца  $d_A$ , из которой выходят регистрируемые электроны. Именно эту величину, а не максимальный диаметр грушевидной области ( $d_{max}$  на рисунке 2.1.а) принято называть диаметром области взаимодействия. В большинстве случаев диаметр области взаимодействия  $d_A$  превышает диаметр электронного пучка  $d_e$ .

Величина глубины области взаимодействия имеет порядок нескольких микрометров и существенно возрастает с энергией первичных электронов. Кроме того, размер этой области зависит от плотности облучаемого вещества, от угла падения первичного пучка на поверхность и ряда других факторов.

Анализ энергетических спектров выходящих электронов показал целесообразность их подразделения на два множества.

На рисунке 2.2 приведён схематичный вид спектра электронов, выходящих из облучаемого образца. Видно, что в области энергий  $E > E_0/2$  располагается широкий максимум. Поток соответствующих электронов формируется, в основном, двумя описанными далее процессами.

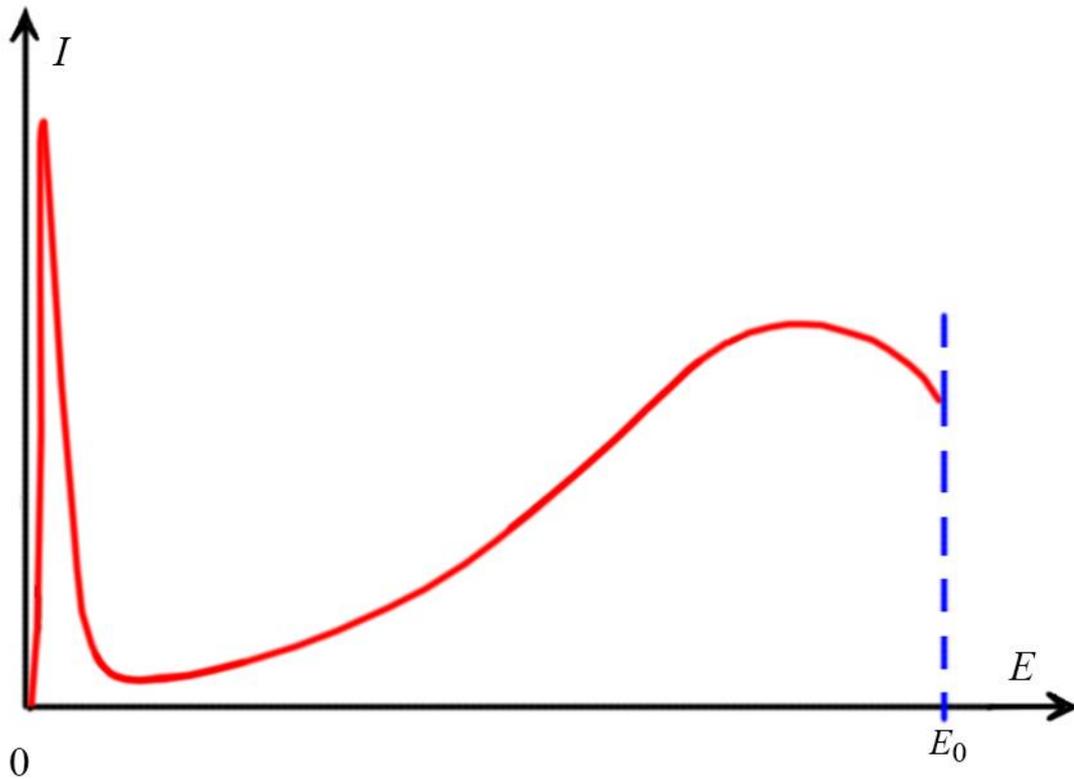


Рисунок 2.2 – Схематичный вид спектра электронов, выходящих из облучаемого образца.

Во-первых, это упруго рассеянные электроны, выходящие из облучаемой поверхности. В частности, электрон, падающий нормально поверхности образца, может в результате однократного рассеяния изменить направление своей скорости больше, чем на  $90^\circ$  и вылететь наружу. Более вероятным является процесс выхода электронов вследствие многократных упругих столкновений. Угол рассеяния при столкновении является случайной величиной со сложным видом распределения. В результате траектория электрона внутри образца может иметь очень причудливый и запутанный вид, что подтверждается математическим моделированием с помощью метода Монте-Карло (см. рисунок 2.3).

В каждом акте упругого рассеяния электрон теряет малую долю своей энергии (см. главу 1). Но при их большом количестве суммарная потеря энергии может быть существенной.

Во-вторых, в результате неупругого рассеяния, которое сопровождается ионизацией и возбуждением атомов, электроны теряют значительную часть своей энергии. При этом они могут резко изменить направление своей скорости, выйти из образца и дать вклад в поток выходящих наружу электронов [6].

Оба описанных механизма объясняют наличие широкого максимума спектра электронов в области больших энергий. Такие электроны называются *отражёнными*.

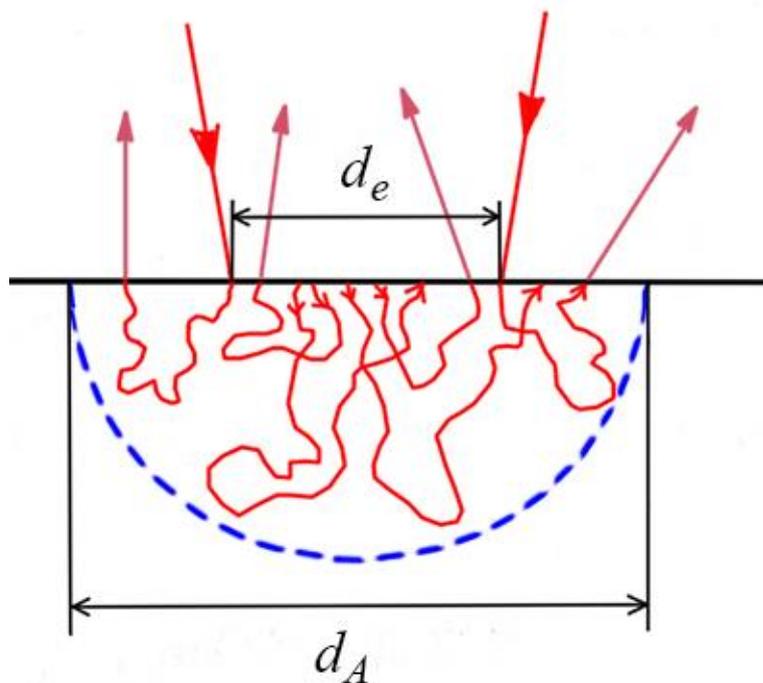


Рисунок 2.3 – Схема типичных траекторий отражённых электронов. Синяя штриховая линия ограничивает область взаимодействия,  $d_e$  – диаметр электронного пучка на поверхности образца,  $d_A$  – диаметр области взаимодействия.

Коэффициент отражения определяется следующей формулой:

$$\eta = i_1 / i_0 \quad (2.1)$$

где  $i_0$  – ток первичных электронов (падающих на образец),  $i_1$  – ток отражённых электронов.

Значение сечения упругого рассеяния, характеризующее вероятность рассеяния по упругому механизму, обратно пропорционально квадрату атомного номера облучаемой мишени [5]. Отсюда следует, что интенсивность потока отражённых электронов существенно зависит от химического состава исследуемого вещества.

Хотя размер области взаимодействия существенно зависит от энергии первичных электронов  $E_0$ , экспериментально было доказано, что в интервале энергий  $20 \text{ кэВ} < E_0, < 50 \text{ кэВ}$  коэффициент отражения практически не изменяется.

При отклонении пучка первичных электронов от нормали к поверхности образца процессы упругого рассеяния происходят на меньшей глубине. Коэффициент отражения в этом случае увеличивается. Для оценок пригодна приближенная функция

$$\eta(\varphi_0) = \frac{\eta(\varphi_0 = 0)}{[1 + \cos(\varphi_0)]^p}, \quad (2.2)$$

где  $\varphi_0$  – угол отклонения луча первичных электронов от нормали. Параметр  $p$  зависит от атомного номера вещества  $p = 9/Z^{1/2}$ .

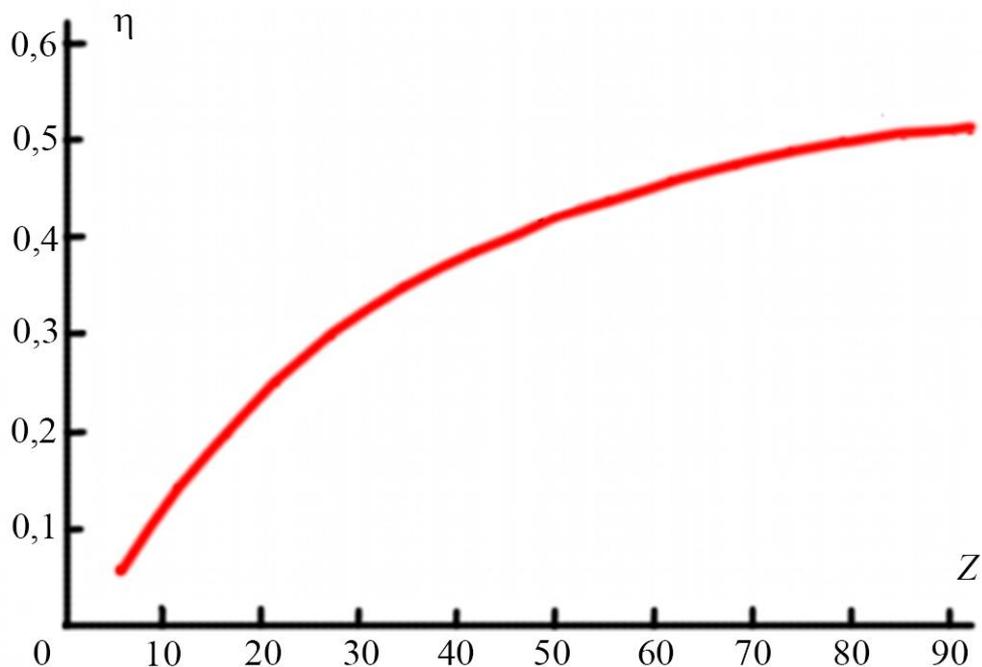


Рисунок 2.4 – Зависимость доли отражённых электронов  $\eta$  от атомного номера  $Z$  облучаемого вещества.

Энергия первичных электронов 30 кэВ. Пучок направлен перпендикулярно облучаемой поверхности образца.

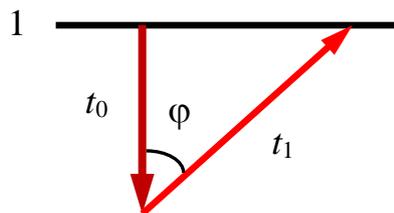
Ещё одной важной характеристикой является угловое распределение отражённых электронов.

Пусть первичный электрон падает перпендикулярно на поверхность образца. После пробега длиной  $t_0$  он рассеивается и выходит обратно из образца (см. рисунок 2.5.а). Если рассеяние произошло на угол  $\varphi$ , пробег рассеянного электрона до выхода равен  $t_1 = t_0 / \cos(\varphi)$ . Вероятность выхода из образца приблизительно обратно пропорциональна длине пробега. Следовательно, зависимость коэффициента отражения от угла выхода выражается формулой:

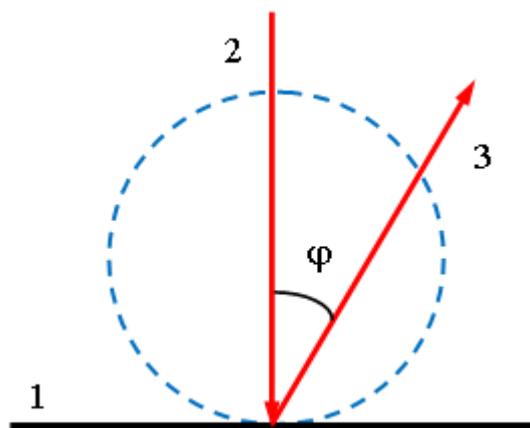
$$\eta(\varphi) = \eta(\varphi=0) \cdot \cos(\varphi) \quad (2.3)$$

Вид углового распределения отражённых электронов схематично изображён на рисунке 2.5.б.

Если первичные электроны падают на поверхность образца под углом  $\varphi_0$ , то коэффициент отражения выражается произведением формул (2.2) и (2.3).



а) к объяснению углового распределения отраженных электронов



б) штриховая линия – косинусоида в полярных координатах, 2 – падающий пучок, 3 – отражённый пучок под углом  $\varphi$

Рисунок 2.5 – Угловое распределение отраженных электронов при нормальном падении первичных на поверхность образца.

$\varphi$  – угол рассеяния, 1 – поверхность образца.

Вернёмся к энергетическому спектру, изображенному на рисунке 2.2, и обратим внимание, что в области малых энергий ( $E \ll E_0$ ) наблюдается ещё один максимум, сформированный, в основном, электронами, получившими энергию и импульс во вторичных процессах.

Эти электроны называют **вторичными**. Максимум их энергии (при типичных энергиях первичных электронов) лежит в области 3 – 5 эВ. Вследствие их малой энергии, слой, из которого выходят вторичные электроны, имеет малую толщину, которая зависит от материала образца. Исследования показали [5], что преобладающее количество вторичных электронов выходит с глубины, не превышающей 5 нм для металлов и 50 нм для диэлектриков.

В металлических образцах это, как правило, электроны проводимости, получившие энергию от первичных и рассеянных электронов достаточно высокой энергии. В диэлектриках вторичные электроны образуются при ионизации электронных оболочек атомов облучаемого образца.

Генерация вторичных электронов может быть обусловлена как электронами исходного пучка, так и отраженными электронами, выходящими из-под поверхности облучаемого образца (см. рисунок 2.6). Однако из-за малой энергии вторичных электронов, глубина их выхода (значение  $t_2$  на рисунке 2.6) не превышает указанных выше значений (примерно 5 нм для металлов и 50 нм для диэлектриков). При этом латеральный размер, характеризующий область выхода вторичных электронов, сопоставим с размерами области взаимодействия отражённых электронов.

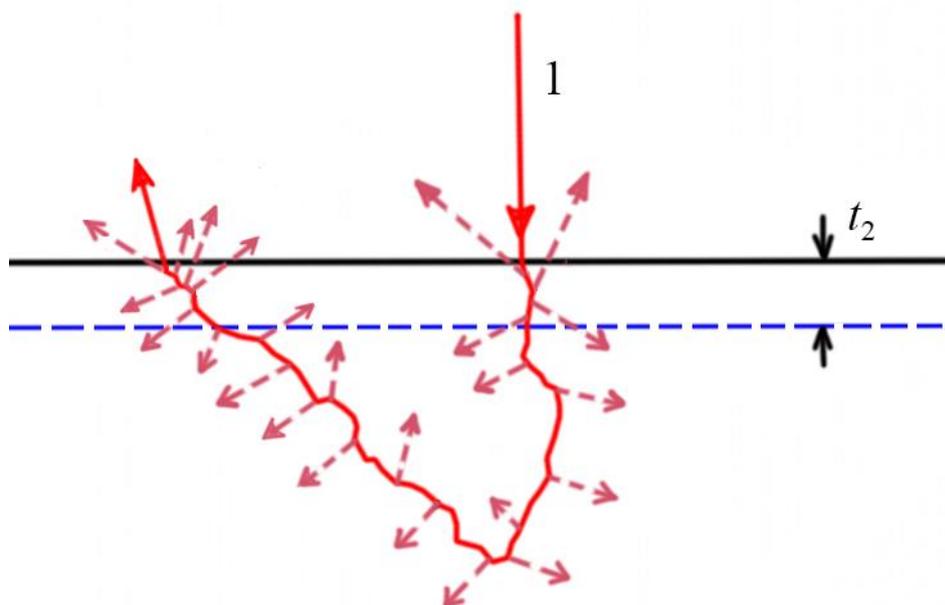


Рисунок 2.6 – Схема выхода вторичных электронов из облучаемой поверхности образца. Красным цветом показана типичная траектория отраженного электрона.

Штриховые стрелки – траектории вторичных электронов.  
 1 – пучок первичных электронов, падающих на образец,  
 $t_2$  – толщина слоя, из которого выходит подавляющее большинство вторичных электронов

Важной характеристикой является коэффициент вторичной эмиссии

$$\delta = i_2 / i_0 \quad (2.4)$$

где  $i_0$  – ток первичных электронов,  $i_2$  – ток вторичных электронов.

Поток вторичных электронов формируется как первичными электронами, так и электронами, многократно рассеянными внутри образца (см. схему на рисунке 2.6). По этой причине коэффициент вторичной эмиссии можно представить суммой<sup>1</sup>:

$$\delta = \delta_1 + \eta \delta_2 \quad (2.5)$$

где величина  $\delta_1$  характеризует процесс образования вторичных электронов электронами исходного пучка, а величина  $\delta_2$  – процесс образования вторичных электронов отраженными.

Исследования показали, что отношение коэффициентов  $\delta_2/\delta_1$  заметно превышает единицу. Иными словами, отраженные электроны генерируют

<sup>1</sup> В некоторых исследованиях показано, что выражение для коэффициента вторичной эмиссии может быть еще сложнее. Подробнее об этом можно прочитать в статье [9] и главе 3 книги [6].

большую долю вторичных электронов, чем первичные электроны. Это обусловлено двумя причинами.

Во-первых, энергия отраженных электронов, выходящих из образца после многократного рассеяния, очевидно, ниже энергии электронов исходного пучка. Согласно теории неупругих взаимодействий, вероятность образования вторичного электрона растёт с уменьшением энергии первичного электрона. Следовательно, упруго рассеянные (отраженные) электроны будут создавать большее количество вторичных электронов, по сравнению с первичными электронами падающего пучка.

Во-вторых, глубина выхода вторичных электронов  $t_2$  (показана на рисунке 2.6) существенно меньше длины свободного пробега первичных электронов при упругом рассеянии. Это приводит к тому, что длина, на которой электроны исходного пучка могут генерировать вторичные электроны, практически не превышает вышеупомянутую глубину выхода вторичных электронов (см. рисунок 2.6).

Электроны, как было изложено в главе 2, при упругом рассеянии могут резко изменять свое направление. Как следствие, электроны, которые дают вклад в поток отраженных, значительную часть своего пути движутся, существенно отклонившись от нормали к поверхности, как показано на рисунке 2.6. Длина траектории отраженного электрона при пересечении приповерхностного слоя толщиной  $t_2$  (где формируется поток вторичных электронов) значительно превышает эту толщину  $t_2$ . На этом участке траектории (перед выходом отраженного электрона из поверхности образца) происходит интенсивная генерация вторичных электронов (см. рисунок 2.5). Таким образом, вторая причина большой величины отношения коэффициентов  $\delta_2/\delta_1$  обусловлена различием длин траекторий отраженного электрона внутри приповерхностного слоя при выходе и при входе в образец, как видно на рисунке 2.6.

В методике РЭМ в большинстве случаев используется узкий пучок первичных электронов, следовательно, потоки отраженных и вторичных электронов несут локальную информацию о той малой части поверхности облучаемого образца, на которую падает пучок первичных электронов. Для получения информации об области большего размера необходимо последовательно направлять пучок электронов в различные места поверхности, т.е. проводить сканирование.

Основные узлы микроскопа, обеспечивающие сканирование и управление параметрами пучка электронов, описаны в следующей главе.

### Глава 3 – Общая схема устройства растрового электронного микроскопа

Практическая реализация методов электронной микроскопии осуществляется с помощью приборов, которые называются растровыми электронными микроскопами.

Современный растровый электронный микроскоп состоит из нескольких взаимодействующих функциональных частей:

- 1) система формирования пучка первичных электронов и управления им;
- 2) устройство позиционирования исследуемого образца;
- 3) система регистрации потоков электронов, выходящих из образца;
- 4) система формирования видимого изображения.

Общая схема микроскопа показана на рисунке 3.1.

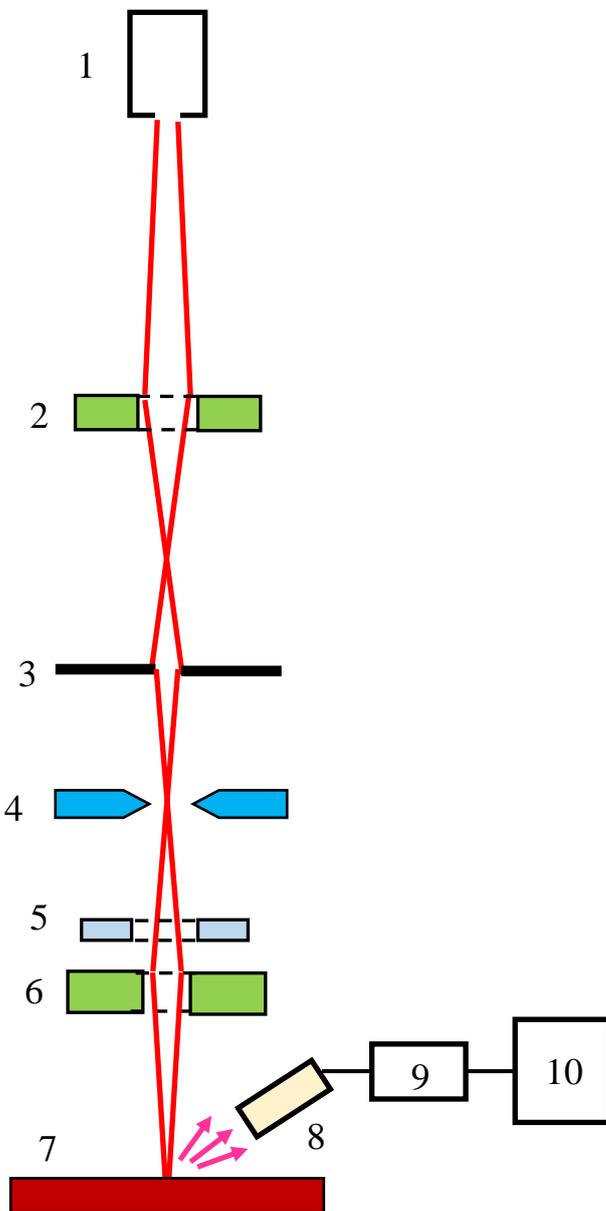


Рисунок 3.1 –  
Принципиальная схема  
сканирующего  
электронного микроскопа.

- 1 – электронная пушка,
- 2 – конденсорная магнитная линза,
- 3 – апертурная диафрагма,
- 4 – отклоняющие (сканирующие) катушки,
- 5 – стигматор,
- 6 – объективная магнитная линза,
- 7 – исследуемый образец,
- 8 – детектор,
- 9 – цифровой преобразователь,
- 10 – компьютер с дисплеем.

Стрелки изображают электроны, выходящие из образца через облучаемую поверхность.

Почти все системы микроскопа (кроме персонального компьютера с дисплеем) конструктивно располагаются в единой колонне, в которой поддерживается технический вакуум – давление внутри колонны лежит в пределах от  $10^{-3}$  до  $10^{-9}$  Па в зависимости от конструкции микроскопа.

### 3.1. Система формирования электронного зонда и управления пучком первичных электронов

Первым функциональным элементом этой системы должен быть источник свободных электронов. В разных типах микроскопов используются источники трёх видов: термокатоды, катоды с полевой (холодной) эмиссией и катоды Шоттки. Физические принципы их работы и схемы их конструкций описаны в приложении 3.

В РЭМ используются электроны определённой энергии  $E_0$ . Для создания направленного пучка электроны, вышедшие из катода, подвергаются ускорению электрическим полем. Это поле создаётся разностью потенциалов между катодом и другим электродом – анодом. Катод, как правило, заземлён, т.е. имеет нулевой потенциал. На анод подаётся положительный потенциал, равный  $E_0 / e$ . Ускоренные электроны выходят через специальное отверстие в аноде и образуют первичный пучок. Конструкция катода с анодом образует электронную пушку (рисунок 3.2).

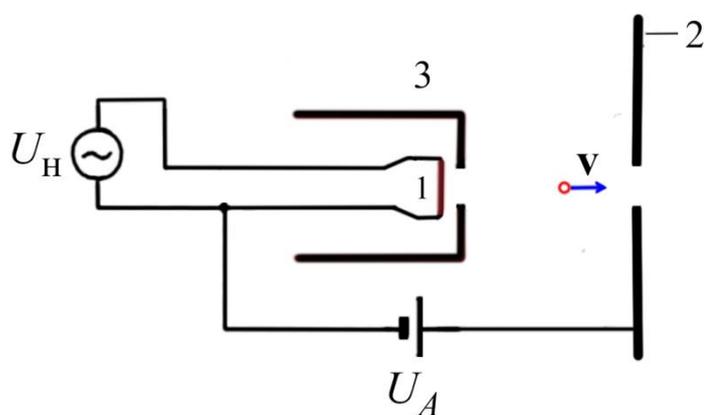


Рисунок 3.2 – Схема электронной пушки.  
 1 – катод, 2 – анод,  
 3 – цилиндр Венельта,  
 $U_A$  – анодное напряжение,  
 $U_H$  – напряжение питания подогрева катода,  
 $v$  – скорость электрона.

Вследствие конструктивных особенностей электронной пушки, из отверстия анода выходит слегка расходящийся пучок электронов. Однако, для большинства целей исследования необходимо сформировать электронный пучок (зонд) с малым поперечным сечением.

Первым элементом формирования узкого пучка электронов является конденсорная линза (см. 2 на рисунке 3.1). Это устройство состоит из электромагнитов с сердечниками специальной формы, которые создают на пути электронного пучка неоднородное магнитное поле. При этом

расположение линий магнитной индукции таково, что силы Лоренца, действующие на летящие электроны, смещают их к геометрической оси пучка.

Затем сужение пучка электронов проводится пропуском его через апертурную диафрагму (см. 3 на рисунке 3.1).

Конструкция микроскопа должна предусматривать автоматический процесс сканирования. Иными словами, тонкий пучок первичных электронов должен последовательно направляться в разные места поверхности исследуемого образца. Для этого в колонне пучок проходит через отклоняющие катушки (см. 4 на рисунке 3.1), которые обеспечивают сканирование тонким электронным пучком по поверхности образца (более подробно вопрос сканирования рассмотрен в следующей главе).

Две пары катушек расположены в плоскости, перпендикулярной геометрической оси пучка (рисунок 3.3). Каждая пара катушек, при пропуске сквозь них электрического тока, создаёт магнитное поле, перпендикулярное оси электронного пучка. Геометрия устройства такова, что магнитные поля пар катушек взаимно перпендикулярны. Таким образом, подбором силы и направления тока в парах катушек можно отклонить электронный пучок, направив его в определённую точку на поверхности исследуемого образца.

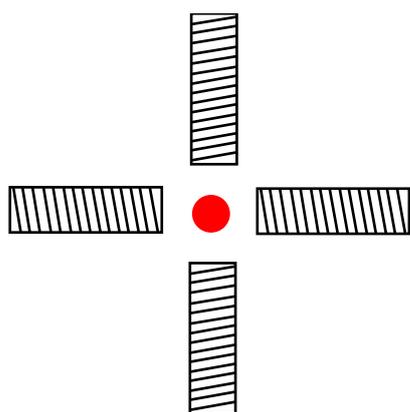


Рисунок 3.3 – Система отклоняющих катушек.

Красный круг – сечение электронного пучка.

Две пары катушек с током создают силы Лоренца, способные отклонять пучок электронов в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Система отклоняющих катушек позволяет перемещать место падения электронов на образец в двух перпендикулярных направлениях. Таким путем осуществляется сканирование электронным пучком по облучаемой поверхности образца.

В последовательных процессах формирования электронного пучка форма его сечения может стать отличной от круга, что отрицательно повлияет на качество изображения. Для коррекции формы пучка используется стигматор (см. 5 на рисунке 3.1). Это устройство содержит несколько электромагнитов с сердечниками специальной формы. Неоднородное магнитное поле стигматора имеет такую конфигурацию, что соответствующие силы Лоренца превращают овальное сечение пучка в круговое (рисунок 3.4).

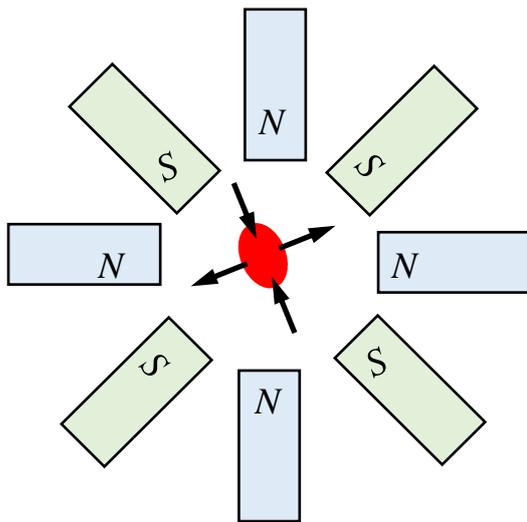


Рисунок 3.4 – Схема работы стигматора.  
Красный овал – сечение электронного пучка; стрелками показаны силы Лоренца, действующие на электроны со стороны неоднородных магнитных полей.

После стигматора электронный пучок фокусируется на поверхности исследуемого образца с помощью объективной линзы. Фокусировка осуществляется с помощью неоднородного магнитного поля, которое создаёт сходящийся пучок, падающий на поверхность образца (см. б на рисунке 3.1).

Основными параметрами первичного пучка являются: ток  $i_e$ , минимальный диаметр  $d_e$ , телесный угол расходимости  $\alpha_0$ . В современных микроскопах данные параметры обычно лежат в следующих интервалах значений:  $i_e = 10^{-12} \div 10^{-6}$  А;  $d_e = 5$  нм  $\div$  1 мкм;  $\alpha_0 = 10^{-4} \div 10^{-2}$  стерadian.

### 3.2. Рабочая камера

Рабочая камера предназначена для размещения исследуемого образца. Камера находится внутри колонны микроскопа и герметично соединена с системой формирования электронного зонда.

Внутри рабочей камеры образец помещается на рабочий столик, который, как правило, моторизован. Это позволяет исследователю перемещать столик в разных направлениях.

Загрузка образцов может осуществляться как через дверцу камеры, так и через входной шлюз. Первый вариант удобнее в работе, однако, второй обеспечивает более высокий уровень вакуума внутреннего пространства камеры.

Детекторы электронов располагаются в рабочей камере или стыкуются с ней через порты. Детектор отраженных электронов, как правило, находится внутри камеры под объективной линзой. Детектор вторичных электронов чаще всего присоединяется к камере через отдельный порт.

Рабочая камера может быть снабжена специальными портами для установки различных аналитических приставок, расширяющих функциональные возможности микроскопа. К ним относятся детекторы рентгеновского излучения (волнодисперсионный или энергодисперсионный спектрометр), регистратор катодolumинесценции, устройство для получения и анализа картин дифракции отраженных электронов.

Форма и размеры рабочих камер варьируются в зависимости от конструкции сканирующих электронных микроскопов. Максимальная ширина и глубина камеры может достигать значений 880 мм и 1200 мм, соответственно. Масса образца, который можно поместить в такую камеру, может достигать 10 кг.

### 3.3. Система регистрации электронов, выходящих из образца

Система регистрации сигналов должна содержать, в первую очередь, детекторы электронов (как отраженных, так и вторичных).

Эффективность  $\Omega_d$  любого детектора зависит от телесного угла сбора излучения:

$$\Omega_d = S_e / r_d^2 \quad (3.1)$$

где  $S_e$  – площадь входного окна детектора,  $r_d$  - расстояние от точки падения электронного пучка на поверхность образца до детектора.

Широкий спектр энергий электронов, выходящих из исследуемого образца, требует использования детекторов, по крайней мере, двух типов: для регистрации отраженных электронов (сравнительно высокой энергии) и вторичных электронов (малой энергии).

Для регистрации отраженных электронов, максимум энергетического спектра которых лежит в диапазоне  $0,8 E_0 \div 0,9 E_0$  ( $E_0$  – энергия пучка первичных электронов), широко используются твердотельные (полупроводниковые) детекторы [5].

Рабочий элемент твердотельного детектора представляет собой тонкую пластину полупроводника (толщиной порядка 1 мм), в которой сформирован *p-n*-переход. К противоположным поверхностям пластины прикреплены контакты, которые позволяют включить детектор в электрическую цепь.

При попадании электрона в область *p-n*-перехода в цепи детектора возникает импульс тока. Описание физических процессов, происходящих в полупроводниковых детекторах, приведено в приложении 3.

Для увеличения геометрической эффективности  $\Omega_d$  пластины твердотельного детектора располагаются вблизи поверхности исследуемого образца. Распространённой является такая схема расположения детектора, в которой кольцевая пластина с отверстием для прохождения первичного пучка помещается между образцом и объективной электронной линзой (рисунок 3.5).

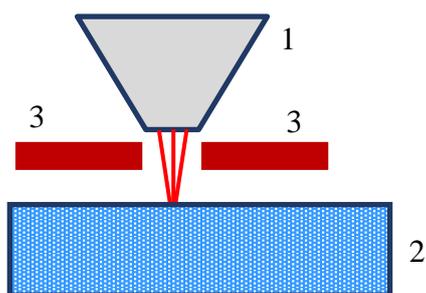


Рисунок 3.5 – Схема расположения твердотельного детектора отраженных электронов.  
 1 – объективная линза, 2 – исследуемый образец, 3 – пластины полупроводника. Красные линии изображают траектории первичных электронов, направленных на образец.

Поверхность пластины полупроводника, на которую попадают отраженные электроны, покрыта тонким слоем благородного металла (золота). Этот слой играет роль одного из электрических контактов. Малая толщина позволяет уменьшить поглощение электронов на пути к рабочему объёму детектора.

Электрическая цепь твердотельного детектора содержит усилитель тока для усиления регистрируемых импульсов (рисунок 3.6).

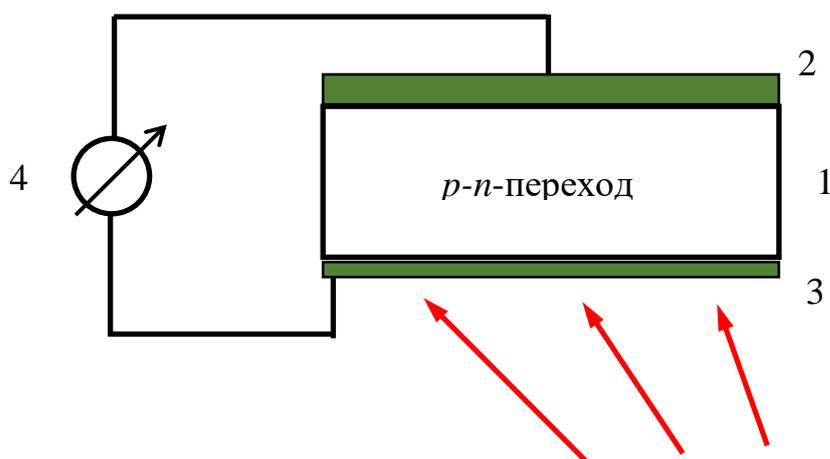


Рисунок 3.6 – Схема электрической цепи твердотельного детектора.  
 1 – пластины полупроводника, 2 – базовый контакт, 3 – тонкий слой металла, 4 – измеритель импульса тока. Красные стрелки изображают потоки отраженных электронов.

Амплитуда регистрируемого импульса зависит от энергии электрона, попавшего в детектор. Электроны с малой энергией не могут регистрироваться в принципе. Энергетический порог детектирования электронов определяется шириной запрещенной зоны полупроводника и поглощением электронов в веществе. Качественный вид зависимости амплитуды регистрируемого сигнала от энергии отраженного электрона показан на рисунке 3.7.

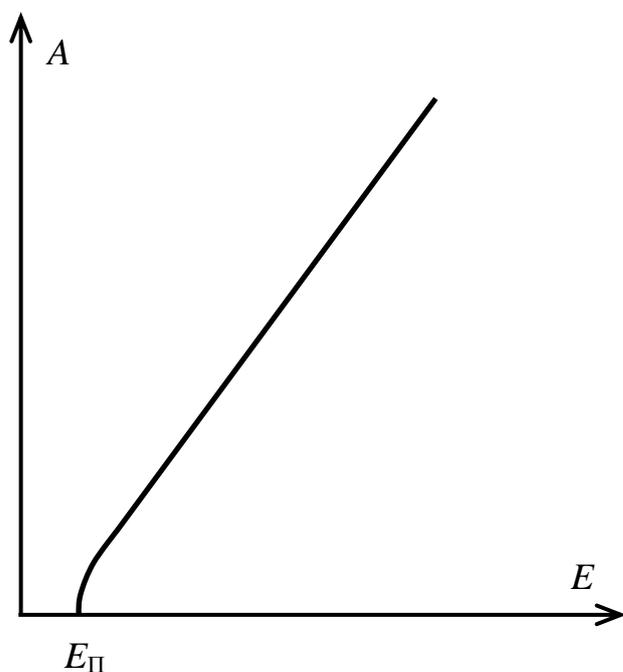


Рисунок 3.7 – Качественная зависимость амплитуды регистрируемого сигнала  $A$  от энергии электрона  $E$ .  
 $E_{\text{П}}$  – пороговая энергия электрона.

Для регистрации вторичных электронов (или суммарного потока отражённых и вторичных электронов) целесообразно использовать сцинтилляционные детекторы. Различные виды сцинтилляционных детекторов, вообще говоря, пригодны для регистрации электронов широкого энергетического диапазона.

Основным элементом таких детекторов является сцинтиллятор, изготовленный из определённого прозрачного материала. Существуют неорганические (кристаллические и аморфные) и органические сцинтилляторы.

Электрон, попавший в вещество сцинтиллятора, инициирует сложную цепь процессов, в результате которых возникают фотоны оптического диапазона. Эти фотоны по световоду направляются на фотокатод фотоэлектрического умножителя (ФЭУ).

Фотокатод, материал которого характеризуется малым значением работы выхода электрона, генерирует поток свободных электронов, которые направляются в диодную систему ФЭУ. В результате вторичной эмиссии на каждом диоде количество свободных электронов возрастает на несколько порядков. Поток электронов попадает на анод и на нагрузочном сопротивлении создаёт сигнал достаточно большой амплитуды, не требующий дополнительного усиления.

Общая схема сцинтилляционного детектора вторичных электронов показана на рисунке 3.8.

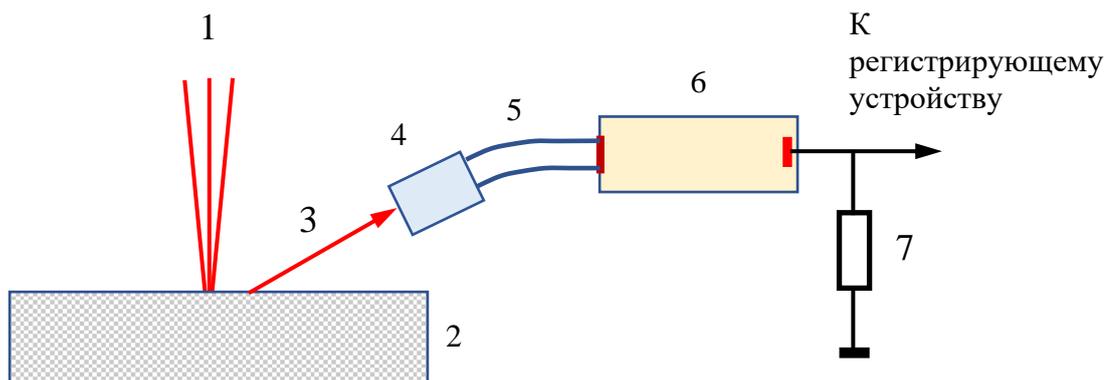


Рисунок 3.8 – Схема сцинтилляционного детектора вторичных электронов.

1 – пучок первичных электронов, 2 – исследуемый образец, 3 – поток вторичных электронов, попадающих в детектор, 4 – сцинтиллятор, 5 – световод, 6 – фотоэлектрический умножитель (ФЭУ), 7 – нагрузочное сопротивление.

Краткое описание физических процессов, происходящих в сцинтилляторе и ФЭУ, изложено в приложении 3.

Следует иметь в виду, что вторичные электроны, имеющие небольшие энергии, обладают низкой конверсионной способностью. Это означает, что не каждое попадание такого электрона в сцинтиллятор приведёт к испусканию электрона с фотокатода и, следовательно, к формированию сигнала на выходе детектора.

Для увеличения эффективности регистрации вторичных электронов система их детектирования снабжается цилиндром Фарадея, окружающим сцинтиллятор (рисунок 3.9).

На цилиндр подаётся положительное напряжение порядка ста вольт. В результате вторичные электроны приобретают дополнительную энергию, что повышает их конверсионную способность до приемлемого уровня. Кроме того, траектории собираемых электронов искривляются и геометрическая эффективность регистрации возрастает.

Система сцинтилляционного детектора с ФЭУ даёт сигнал, не требующий дополнительного усиления. Детекторы описанного типа отличаются низким уровнем шумов и могут использоваться для регистрации как вторичных, так и отраженных электронов.

Для того, чтобы исключить попадание вторичных электронов в такой детектор, следует подать на цилиндр Фарадея отрицательный потенциал порядка десяти вольт. Тогда в сцинтиллятор будут попадать только отраженные электроны, обладающие большей энергией. Для увеличения геометрической эффективности детектора целесообразно располагать образец вблизи входного окна детектора.

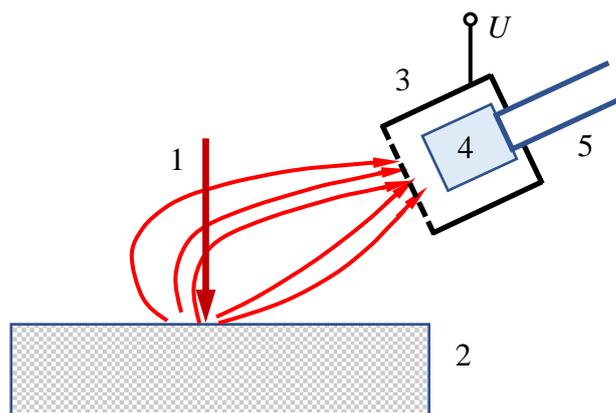


Рисунок 3.9 – Схема сбора вторичных электронов с помощью цилиндра Фарадея.

1 – пучок первичных электронов, 2 – исследуемый образец, 3 – цилиндр Фарадея, 4 – сцинтиллятор, 5 – световод,  $U$  – положительный потенциал, поданный на цилиндр Фарадея. Красные изогнутые стрелки – траектории вторичных электронов.

Обобщая вышесказанное, можно сказать, что сигнал, формируемый вторичными или отраженными электронами, определяется не только физикой процесса рассеяния (см. главу 1), но также зависит от конструкции детекторов и их расположения относительно образца. Общая схема построения изображения на основе этих сигналов рассматривается в следующей главе.

## Глава 4 – Построение изображения в РЭМ

Микроскоп, по определению, представляет собой прибор, позволяющий получить увеличенное изображение исследуемого объекта. В материаловедении увеличение требуется для анализа и измерения размеров элементов микроструктуры. Разрешающая способность (минимальный размер элементов, которые можно различить на изображении), главным образом, зависит от диаметра пучка электронов и размеров области взаимодействия (см. главы 1 и 2). Однако, как будет показано в настоящей главе, говоря о разрешающей способности сканирующего электронного микроскопа, необходимо также принимать во внимание некоторые особенности используемого в нем принципа построения изображения.

### 4.1. Схема сканирования

В процессе сканирования пучок первичных электронов последовательно направляется в различные места поверхности исследуемого образца. Каждый пункт сканирования характеризуется парой координат  $X$ ,  $Y$ . Точнее, координаты  $X$ ,  $Y$  определяют центр пятна, создаваемого на поверхности образца пучком электронного зонда диаметром  $d_e$ . Переход от одной точки сканирования к другой осуществляется изменением силы тока в отклоняющих катушках (см. главу 3).

В каждом положении первичного пучка проводится регистрация интенсивности обратно рассеянных (отраженных и вторичных) электронов. Таким образом, каждой точке сканирования  $X$ ,  $Y$  ставится в соответствие значение интенсивности  $I$  потока регистрируемых электронов. После сканирования всего заданного участка поверхности образца формируется матрица величин интенсивности  $I(X, Y)$ . Если используется несколько детекторов, то создаётся матрица  $I(X, Y)$  для каждого из них.

Согласно изложенному в главе 2, детектор собирает поток электронов с области взаимодействия диаметром  $d_A > d_e$ , где  $d_e$  – диаметр электронного пучка, падающего на образец. В грубом приближении можно считать, что эти диаметры прямо пропорциональны.

Сканирование поверхности образца происходит с определённым шагом  $h$  по координатам  $X$  и  $Y$ . Количество шагов по  $X$  и  $Y$  определяет пиксельное разрешение файла изображения, получаемого при сканировании. Под пиксельным разрешением подразумевается количество точек по горизонтали и вертикали в файле с изображением.

**Коэффициентом увеличения  $M$**  называется отношение длины какого-либо отрезка на фотографии (на изображении) к истинной длине этого же отрезка на образце. Изменение увеличения может происходить посредством изменения величины шага сканирования (при постоянном количестве точек по  $X$  и  $Y$ ) или посредством изменения количества точек при неизменной величине шага сканирования (как правило, используется первый вариант).

Таким образом, каждому пикселю файла изображения ставится в соответствие некоторая площадка, окружающая пятно электронного пучка. Соответствующая этому пикселю площадка на поверхности образца называется **элементом изображения**. Иначе говоря, вся информация с элемента изображения передаётся в один пиксель файла изображения, полученного в результате сканирования.

В зависимости от соотношения между величинами  $h$  и  $d_A$ , схема сканирования будет выглядеть так, как изображено на рисунке 4.1 (а или б).

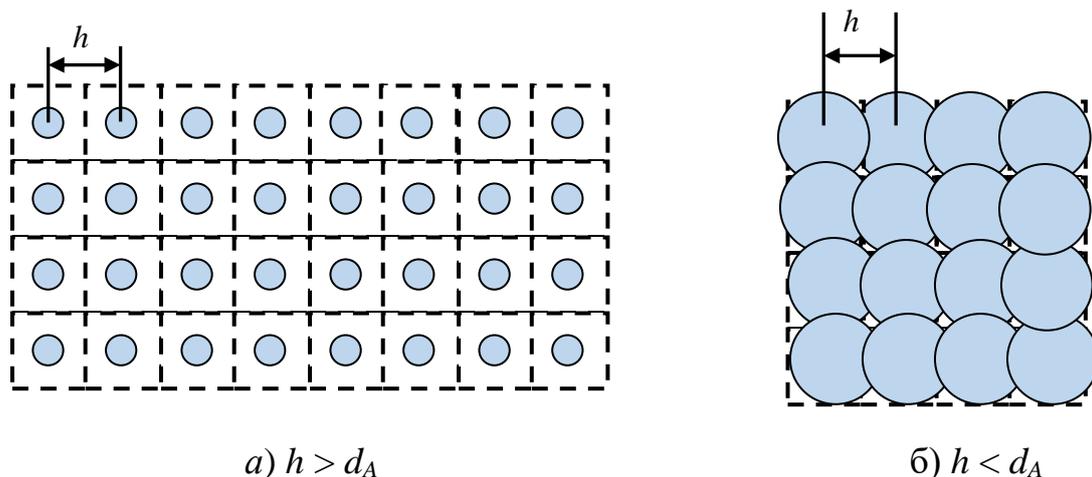


Рисунок 4.1 – Схема сканирования.

Кружки – области взаимодействия диаметром  $d_A$ ,  $h$  – шаг сканирования.

Система фокусировки (см. главу 3) позволяет изменять диаметр первичного пучка, направленного на исследуемый образец и уменьшать его до величины  $d_e$  порядка нескольких нанометров. При этом диаметр области взаимодействия  $d_A$  может составлять несколько микрометров.

Изображение является сфокусированным, если диаметр области взаимодействия  $d_A$  меньше размера элемента изображения, как показано на рисунке 4.1 (а). Из предыдущего ясно, что возрастание коэффициента увеличения  $M$  сопряжено с уменьшением шага сканирования  $h$ , т.е. размера элемента изображения. Когда размер элемента изображения становится меньше диаметра области взаимодействия  $d_A$ , то область сканирования перекрывает несколько элементов изображения и картина на дисплее становится размытой (рисунок 4.2). Таким образом, рост коэффициента увеличения  $M$  (при неизменной величине диаметра пучка  $d_e$ ), начиная с определённого значения, является бессмысленным, так как наблюдение не даёт дополнительной информации.

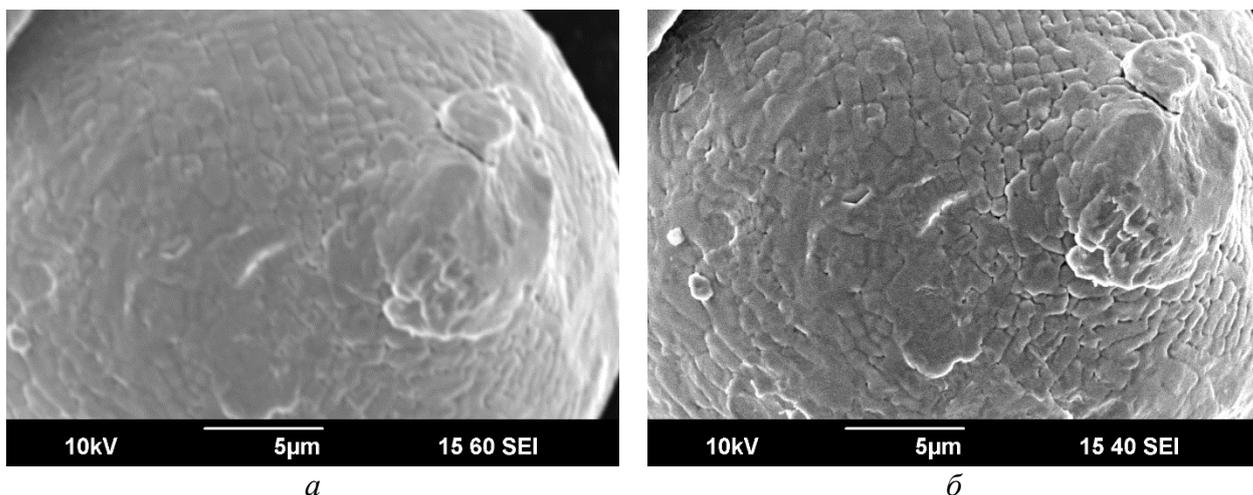


Рисунок 4.2 – Поверхность частиц порошка никелевого сплава. Слишком большой диаметр пучка на рисунке (а) приводит к потере информации о рельефе поверхности. При уменьшении диаметра пучка (б) детали рельефа становятся различимыми

Понятно, что для просмотра мелких деталей поверхности образца требуется электронный пучок малого диаметра  $d_e$ . Следует, однако, помнить, что сила тока пучка пропорциональна квадрату диаметра  $d_e$ . Следовательно, значительное уменьшение размера  $d_e$  приведёт к ослаблению сигнала обратно рассеянных электронов, т.е. к ухудшению изображения на дисплее. Поэтому при исследованиях требуется найти компромисс между параметрами электронного пучка (его тока и диаметра) и качеством изображения.

При малом коэффициенте увеличения  $M$ , когда элемент изображения достаточно большой, можно значительно увеличивать силу тока электронного пучка для усиления сигнала обратно рассеянных электронов. При этом диаметры пучка  $d_e$  и области взаимодействия  $d_A$  остаются меньше размера элемента изображения  $h$  и изображение хорошо сфокусировано.

## 4.2. Глубина фокуса

Важной характеристикой системы формирования изображения является **глубина фокуса**. Фокусировкой пучка достигается минимальный диаметр электронного пучка на поверхности исследуемого образца. Однако, поверхность не может быть идеально плоской, а имеет выступы и впадины. Оптимальный режим сканирования должен отображать с достаточной резкостью неровности шероховатой поверхности. Это особенно актуально при проведении фрактографических исследований – исследований поверхностей изломов.

Фокусировка электронного пучка задаёт ему определенную угловую расходимость. Пусть  $d_e$  – минимальный диаметр электронного пучка, который расположен на некотором уровне оптимальной фокусировки, который далее называется нулевым. Расходимость приводит к тому, что диаметр пучка  $d_m$

выше и ниже нулевого уровня превышает величину  $d_e$  (см. схему на рисунке 4.3).

Если величина  $d_m$  меньше размера элемента изображения  $h$ , то все неровности поверхности, расположенные в диапазоне вертикальной координаты шириной  $D_f$  по обе стороны от нулевого уровня, будут резко отображаться на дисплее. При этом область взаимодействия диаметром  $d_A$  не выходит за пределы сканируемого элемента изображения. Величина  $D_f$  называется **глубиной фокуса**.

Вне этой области (выше и ниже) ширина электронного пучка такова, что область взаимодействия перекрывает несколько элементов изображения и картина на дисплее становится размытой.

Электронный пучок, выходящий из фокусирующей системы и направленный на исследуемый образец, можно приближенно считать ограниченным конической поверхностью. Расходимость пучка характеризуется углом  $\alpha$ , равным половине угла раствора конуса. Тогда расширение диаметра электронного пучка от величины  $d_e$  до  $d_m$  подчиняется следующему уравнению:

$$\frac{(d_m - d_e)/2}{D_f/2} = \operatorname{tg}(\alpha) \quad (4.1)$$

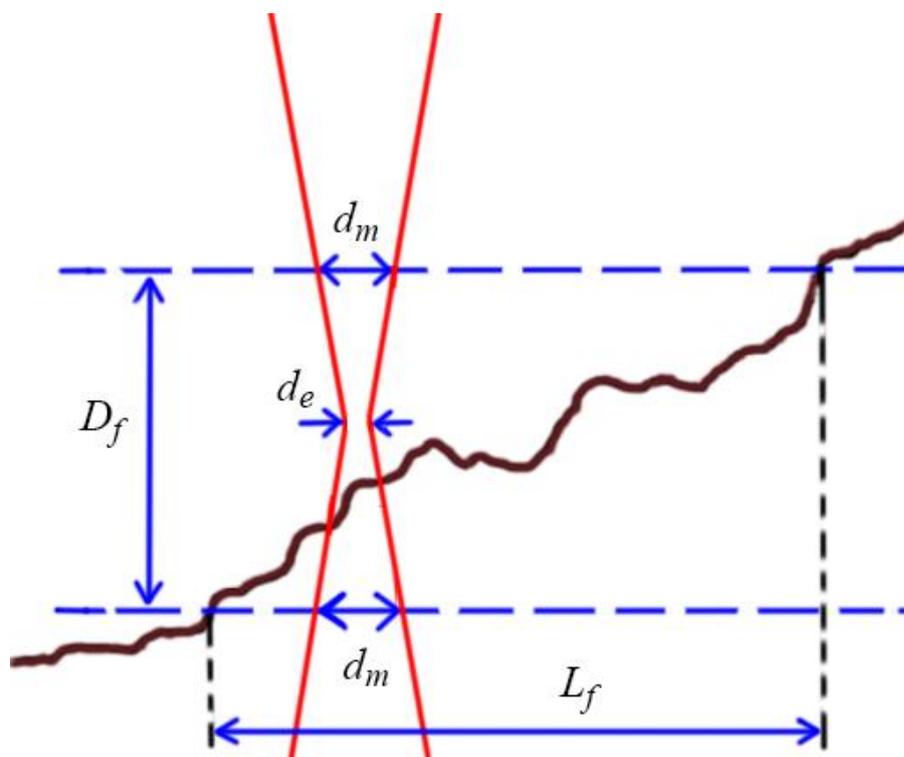


Рисунок 4.3 – Схема, поясняющая понятие глубины резкости. Ломаная линия – профиль поверхности облучаемого образца, красные линии ограничивают электронный пучок,  $d_e$  – минимальный диаметр электронного пучка,  $D_f$  – глубина фокуса,  $L_f$  – размер области сфокусированного изображения

Так как угол  $\alpha$  и диаметр  $d_e$  малы, то последнее уравнение можно свести к приближенному равенству

$$D_f \approx d_m / \alpha \quad (4.2)$$

Для увеличения точности оценки следует в (4.2) заменить величину  $d_m$  на соответствующий диаметр области взаимодействия  $k_A d_m$  :

Глубина фокуса и форма поверхности образца определяют размер области, которая является хорошо сфокусированной. Вне этой области изображение размыто.

Как видно из формулы 4.2, очевидным способом увеличения глубины резкости является уменьшение угла расходимости электронного пучка. Одним из инструментальных способов изменения угла расходимости является изменение размера апертурной диафрагмы. Влияние угла расходимости пучка (диаметра апертурной диафрагмы) на глубину резкости проиллюстрировано рисунком 4.4.

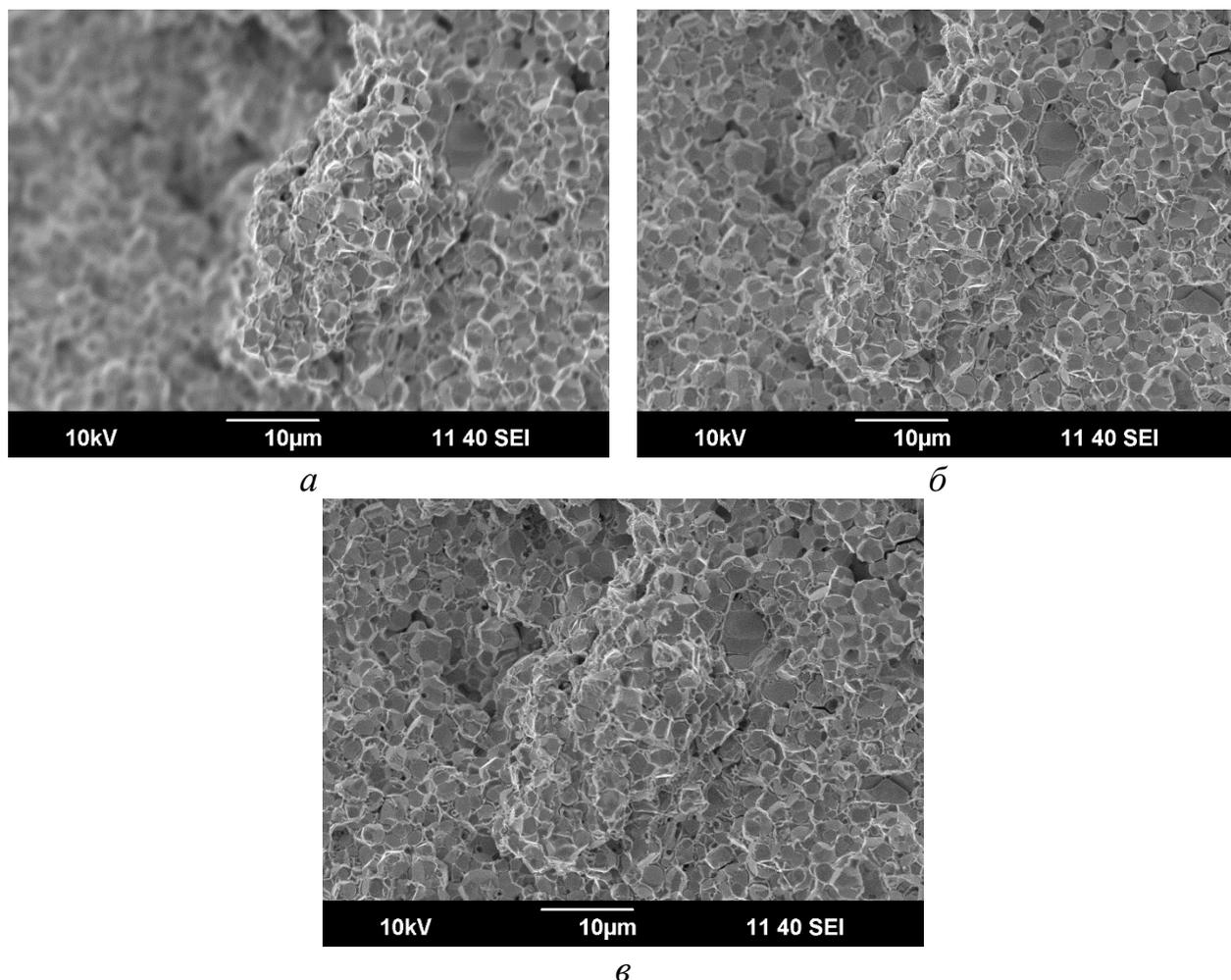


Рисунок 4.4 – Микрофотографии поверхности излома вольфрамового псевдосплава, полученные при разных значениях диаметра апертурной диафрагмы: *а* – 100 мкм, *б* – 30 мкм, *в* – 20 мкм. Глубина резкости увеличивается с уменьшением размера апертурной диафрагмы

### 4.3. Контраст изображения

Чаще всего основная задача исследователя при изучении материалов с применением методики РЭМ заключается в выявлении элементов структуры, то есть получении такого изображения, на котором четко выделялись бы определенные структурные составляющие. Это означает, что получаемое изображение должно быть в достаточной степени контрастным. Именно от контрастности во многом зависит возможность различения на изображении разных элементов микроструктуры.

Контраст изображения количественно определяется по формуле:

$$C = (S_{\max} - S_{\min}) / S_{\max} \quad (4.3)$$

где  $S_{\max}$  и  $S_{\min}$  – максимальная и минимальная яркости точек изображения, соответственно. Яркость изображения в точке пропорциональна интенсивности  $I$  потока электронов.

Как было показано в главе 2, коэффициент отражения  $\eta$  (2.1) существенно зависит от порядкового номера химического элемента  $Z$ . Эта зависимость обуславливает так называемый  $Z$ -контраст (контраст от атомного номера). Таким образом, изображение, полученное с применением детектора отраженных электронов, даёт важную информацию об элементном составе исследуемого образца.

На рисунке 2.4 (см. главу 2) видно, что угол наклона графика зависимости  $\eta(Z)$  при увеличении  $Z$  уменьшается. Это означает, что разница значений коэффициента отражения (а значит, и степень контрастности изображения при реализации  $Z$ -контраста) для пары элементов с одинаковым  $\Delta Z$  будет уменьшаться при увеличении атомного номера (см. рисунок 4.5).

Это означает, например, что контраст между включениями алюминия и магния значительно больше контраста между включениями висмута и свинца.

Коэффициент вторичной электронной эмиссии (2.4) слабо зависит от номера химического элемента  $Z$ . Следовательно, для усиления  $Z$ -контраста целесообразно регистрировать отраженные электроны, а не вторичные.

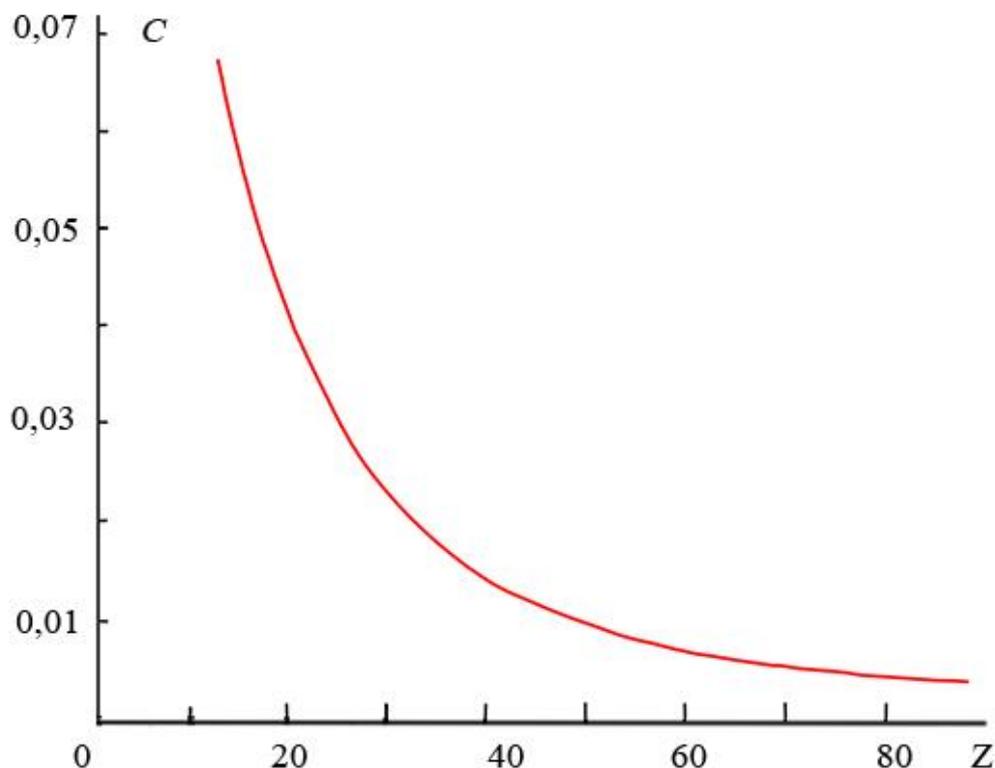


Рисунок 4.5 – Зависимость контраста  $C$  от атомного номера  $Z$  облучаемого вещества. Контраст рассчитан для  $\Delta Z = 1$ .

Для съемки рельефных объектов в режиме топографического контраста, как правило, применяют детектор вторичных электронов, так как размеры области генерации вторичных электронов в общем случае меньше области генерации отраженных электронов.

Основной механизм возникновения топографического контраста связан с тем, что вероятность попадания в детектор выходящих из образца электронов (вторичных и/или отраженных) зависит от взаимного расположения детектора и направления движения электронов. Вероятность попадания в детектор выше для электронов, выходящих с участка поверхности, который расположен благоприятно относительно телесного угла сбора детектора. Под благоприятным полагается такое расположение участка поверхности, при котором угол между нормалью к нему и биссектрисой проекции телесного угла сбора детектора минимален (см. рисунок 4.6).

Еще один важный механизм возникновения контраста связан с явлением каналирования электронов исходного пучка вдоль атомных плоскостей исследуемого образца. Это явление состоит в движении электронов по «каналам», образованным атомными плоскостями (это можно представить себе как движение частиц в пространстве между сегментами жалюзи). В случае исследования поликристаллического материала, шлиф которого представляет собой совокупность различно ориентированных зерен, выходящих на исследуемую поверхность, в результате каналирования электроны будут проникать на разную глубину в образец (некоторые створки

жалюзи ориентированы благоприятно для электронов – «открыты», некоторые – неблагоприятно – «закрыты»). Это приведет к тому, что от одних зерен «отразится» больше электронов, от других – меньше (при одинаковой начальной энергии всех электронов из зерен, благоприятно ориентированных для каналирования, выйдет меньше электронов, чем из зерен, ориентированных неблагоприятно).

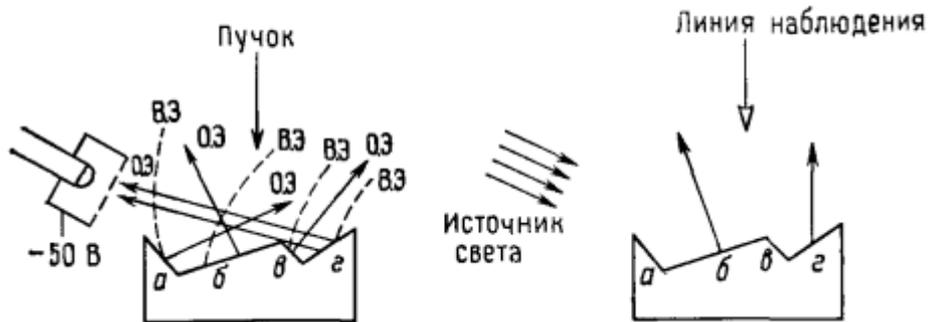


Рисунок 4.6 – Механизм возникновения топографического контраста в электронном микроскопе (рисунок слева) и светооптическая аналогия (рисунок справа)

В результате на изображении будет наблюдаться контраст, подчеркивающий различия кристаллографической ориентации отдельных фрагментов материала. Пример такого изображения приведен на рисунке 4.7.

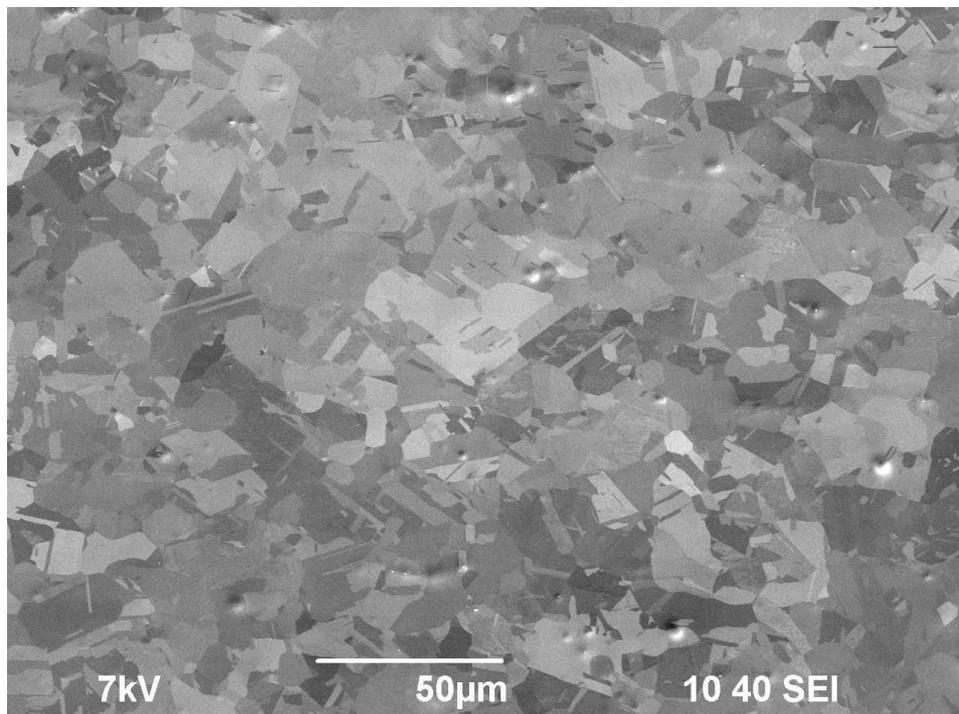


Рисунок 4.7 – Пример изображения, контраст которого, в основном, обусловлен различием кристаллографической ориентации отдельных фрагментов (зерен) материала. Контраст возникает в результате эффекта каналирования электронов

## **Глава 5 – Общее описание растрового электронного микроскопа Jeol JSM-6490**

Принципы и методы растровой электронной микроскопии, описанные в предыдущих главах, практически воплощаются в научно-исследовательских приборах, которые называются растровыми электронными микроскопами. В главах 5 – 8 приведено краткое описание микроскопа Jeol JSM-6490 и рекомендации по работе на этом приборе.

### **5.1 Описание сканирующего электронного микроскопа Jeol JSM-6490**

Растровый электронный микроскоп Jeol JSM-6490 состоит из четырех функциональных блоков:

- рабочая камера;
- электронно-оптическая колонна;
- вакуумная система;
- блок управления.

Микроскоп подключен к сети питания через источник бесперебойного питания и стабилизатор напряжения.

Рабочая камера имеет размеры приблизительно 40 x 40 x 40 см. Внутри камеры находится моторизованный столик с держателем для образцов. Максимальная высота образца, который может быть помещен в камеру, составляет 70 мм, максимальные перемещения столика по ширине и глубине – 125 мм и 100 мм, соответственно. Конструкцией камеры предусмотрена возможность установки дополнительного аналитического оборудования, для этого на ее стенках изготовлено девять технологических отверстий. В рассматриваемом микроскопе одно из них использовано для подключения рентгеновского энергодисперсионного микроанализатора, неиспользуемые отверстия закрыты заглушками.

Электронно-оптическая колонна включает в себя катодный узел, конденсорную линзу, устройство для смены апертурной диафрагмы, сканирующие катушки и объективную линзу. Вышеназванные узлы перечислены в направлении движения от верхней к нижней части колонны (рисунок 5.1).

Вакуумная система микроскопа состоит из форвакуумного и диффузионного насосов, обеспечивающих необходимый уровень вакуума ( $10^{-4}$  Па в области катодного узла), а также нескольких клапанов и датчиков Пирани. Откачка вакуума происходит в несколько стадий. Переключение стадий откачки, открытие и закрытие клапанов происходит в автоматическом

режиме. Для поддержания температуры масла диффузионного насоса в рабочем интервале значений используется холодильная установка замкнутого типа с циркулирующей водой в качестве теплоносителя.

Блок управления состоит из персонального компьютера с установленным специальным программным обеспечением и пульта, позволяющего управлять наиболее часто используемыми функциями.

Внешний вид микроскопа «Jeol JSM-6490 с обозначениями его основных элементов представлен на рисунке 5.2.

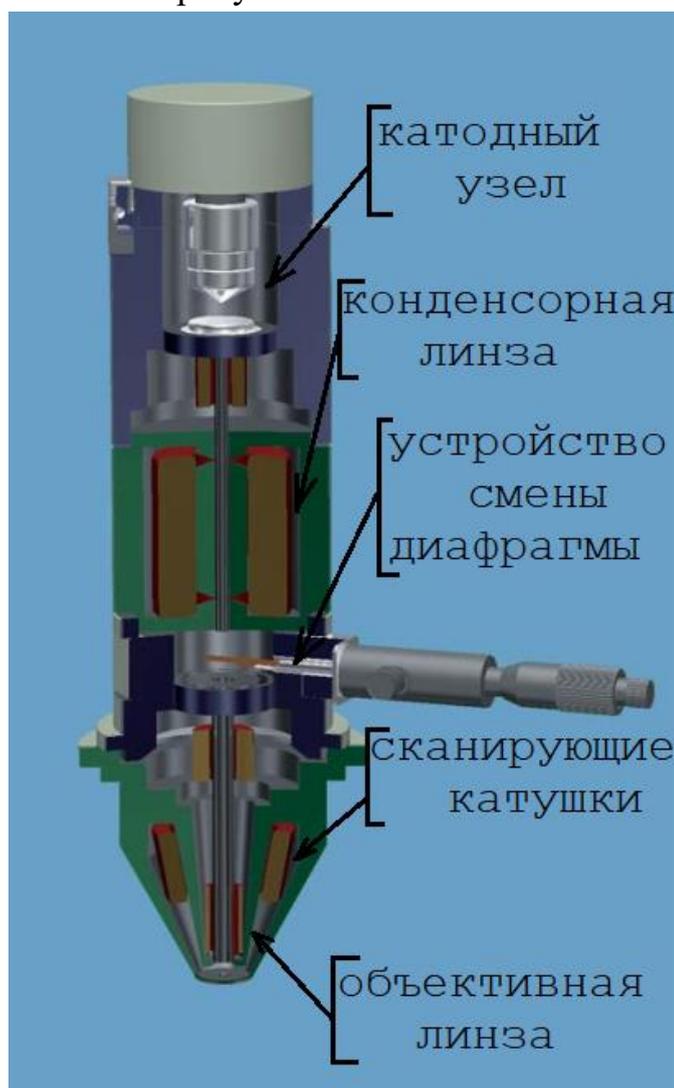


Рисунок 5.1 – Электронно-оптическая колонна микроскопа Jeol JSM-6490

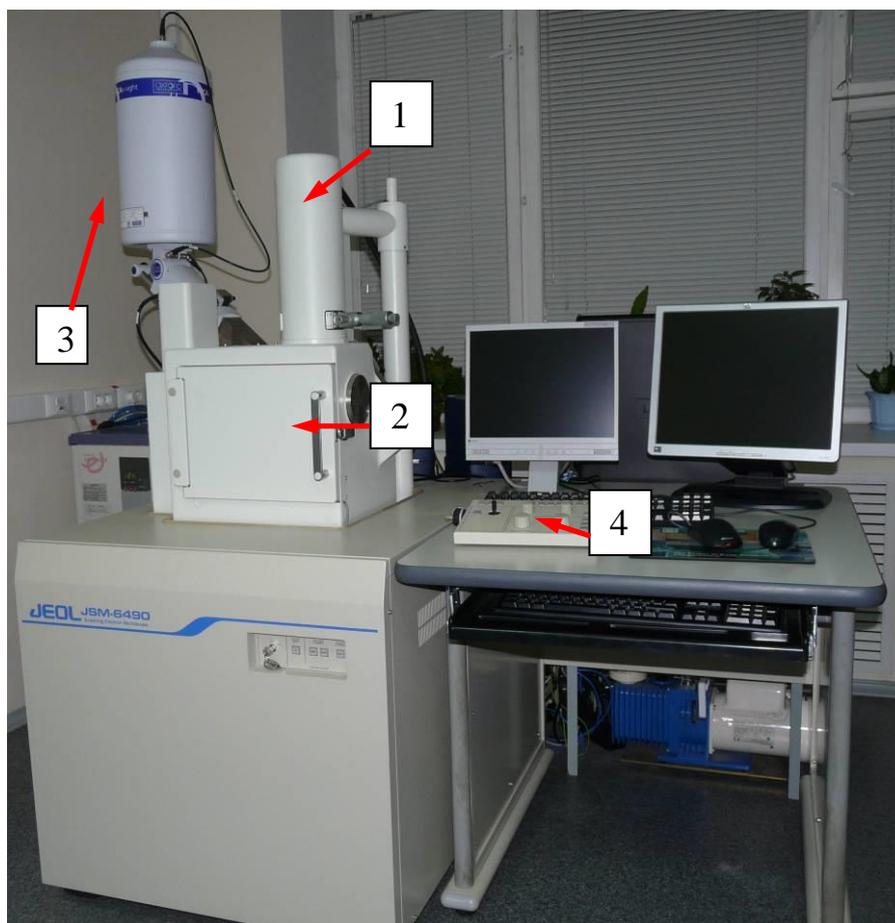


Рисунок 5.2 – Внешний вид микроскопа «Jeol JSM-6490».  
1 – электронно-оптическая колонна, 2 – рабочая камера,  
3 – емкость с жидким азотом, 4 – пульт управления.

Ниже приведены основные технические характеристики микроскопа Jeol JSM-6490:

- диапазон рабочих величин ускоряющего напряжения – от 0,3 до 30 кВ;
- пиксельное разрешение получаемых изображений 640x480, 1280x960 или 2560x1920;
- разрешающая способность при ускоряющем напряжении 30 кВ – 3,0 нм (при рабочем расстоянии 8 мм и съемке с использованием детектора вторичных электронов);
- разрешающая способность при ускоряющем напряжении 3 кВ – 8 нм (при рабочем расстоянии 8 мм и съемке с использованием детектора вторичных электронов);
- разрешающая способность при ускоряющем напряжении 1 кВ – 15 нм (при рабочем расстоянии 8 мм и съемке с использованием детектора вторичных электронов);
- минимальное увеличение – 5 крат (при рабочем расстоянии 48 мм и ускоряющем напряжении 10 кВ и ниже);
- максимальное увеличение – 300000 крат;

– детекторы электронов – детектор вторичных электронов типа «сцинтиллятор-фотоумножитель» и полупроводниковый детектор отраженных электронов с тремя детектирующими пластинами.

## **5.2 Основные параметры режимов съемки, наиболее часто изменяемые при работе**

Основные параметры режимов работы электронного микроскопа, оптимизацией которых решается большая часть стоящих перед исследователем задач, включают в себя ускоряющее напряжение, размер апертурной диафрагмы и параметр «spot size», характеризующий диаметр пучка на образце.

Ускоряющее напряжение выбирается из диапазона от 0,3 до 30 кВ, при этом крайние значения интервала, как правило, используются лишь при решении специфических задач. В основном, исследования проводят при ускоряющих напряжениях от 5 до 20 кВ.

Размер апертурной диафрагмы может принимать одно из трех значений (20, 30 или 100 мкм), соответствующих диаметру диафрагм, помещенных в устройство для их смены. В большинстве случаев используется диафрагма диаметром 20 мкм, диафрагму большего диаметра используют в случае необходимости существенного увеличения тока пучка электронов (например, при проведении рентгеновского микроанализа). Диафрагма диаметром 10 мкм используется очень редко.

Изменяя параметр «spot size», который наряду с размером апертурной диафрагмы определяет диаметр пучка на образце, можно регулировать напряженность магнитного поля в конденсорной линзе. Изменение напряженности поля приводит к изменению тока пучка и его диаметра (рисунок 5.4). Параметр «spot size» может изменяться в пределах от 1 до 99; в большинстве случаев параметр варьируется в интервале от 30 до 70. Большим значениям «spot size» соответствуют больший ток и диаметр пучка электронов.

Помимо оптимизации трех перечисленных параметров электронно-оптической системы микроскопа, для получения качественного изображения исследователь также должен осуществить точную настройку электронно-оптической колонны, которая заключается в настройке фокусного расстояния, точной юстировке положения апертурной диафрагмы и компенсации дефектов изображения (астигматизма).

При подборе оптимальных значений ускоряющего напряжения, размера апертурной диафрагмы и параметра «spot size» необходимо ориентироваться на представленную в предыдущих главах информацию о физических основах взаимодействия пучка электронов с образцом и принципах формирования изображения в микроскопе. Умение точно настраивать электронно-оптическую колонну достигается многократными тренировками и приходит с опытом работы. Таким образом, специалист высокого уровня должен сочетать

в себе глубокие знания в области теоретических основ электронной микроскопии с развитым навыком точной настройки инструмента.

Краткое описание растрового электронного микроскопа Jeol JSM-6490, приведенное выше, вообще говоря, достаточно для разумной практической работы на данном приборе. Инструкция по выполнению стандартных научных исследований изложена в следующей главе.



Рисунок 5.3 – Внешний вид системы охлаждения

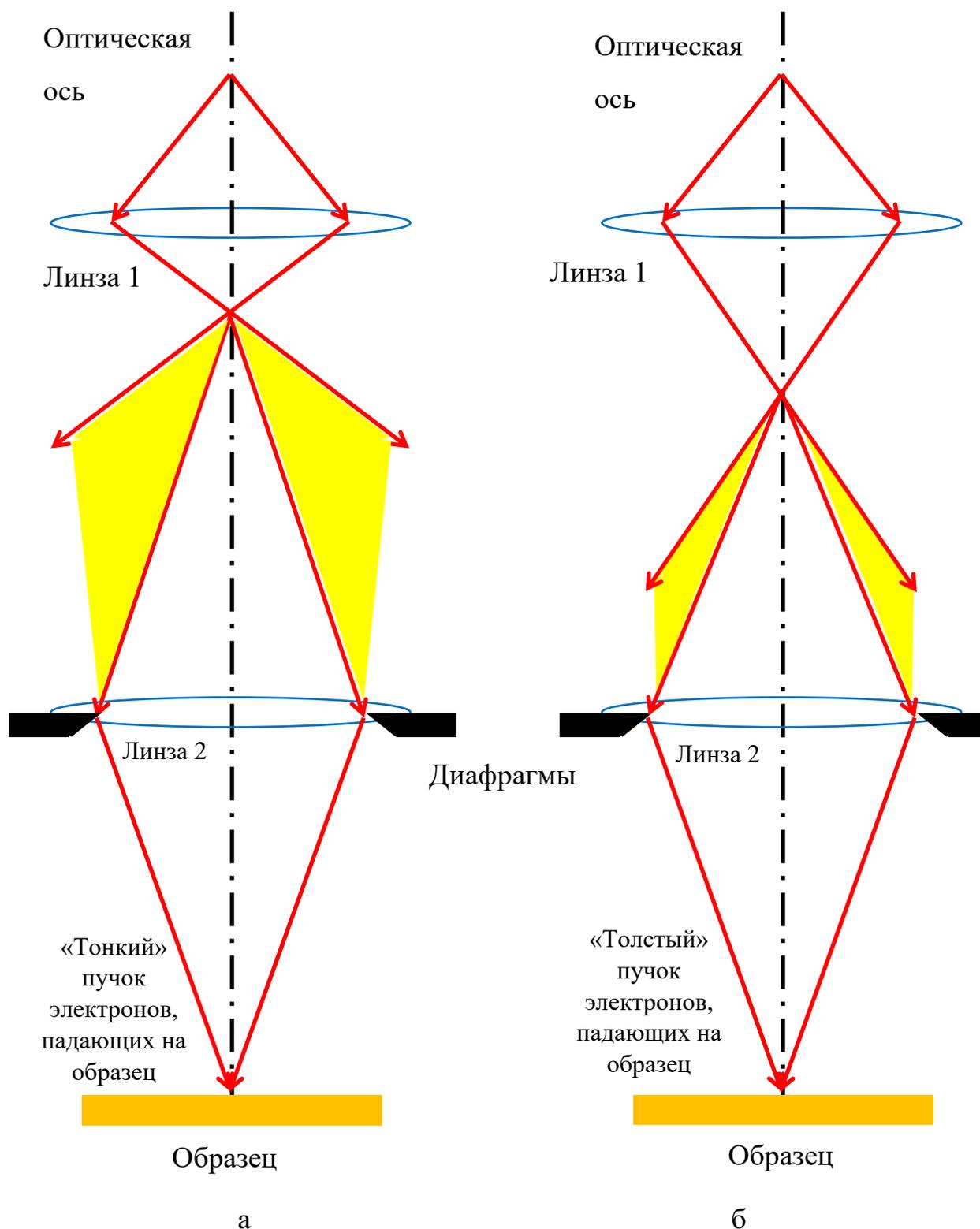


Рисунок 5.4 – Принцип изменения тока и диаметра пучка посредством изменения параметра «spot size». Большая напряженность магнитного поля линзы 1 – меньшие значения «spot size», «тонкий» пучок (а); меньшая напряженность магнитного поля линзы 1 – большие значения «spot size», «толстый» пучок (б)

Красные стрелки – пучки электронов, жёлтым отмечены зоны электронов, «отсечённые» линзами.

## Глава 6 – Описание системы управления микроскопом Jeol JSM-6490

Система управления микроскопом включает в себя два основных компонента: пульт управления и программу «SEM Main Menu», установленную на подключенном к микроскопу компьютере. Кроме этого, на корпус микроскопа вынесены кнопки управления вакуумной системой и замок с ключом для запуска прибора. Управление большей частью функций микроскопа осуществляется с помощью программы «SEM Main Menu». Кнопки для управления наиболее часто используемыми функциями вынесены на пульт управления.

### 6.1 Описание пульта управления

На рисунке 6.1 представлено изображение пульта управления. Он включает в себя джойстик, четыре вращающихся регулятора и несколько кнопок, объединенных в четыре блока.

К первому блоку условно относятся джойстик (10) для перемещения столика и кнопки (1), управляющие режимами его работы. При нажатой (подсвеченной) кнопке «X/Y» качание джойстика приводит к изменению координат  $X$  и  $Y$  столика. Нажатие кнопки «T/Z» приводит к переводу джойстика в режим изменения координаты  $Z$  столика (его высоты) и угла его наклона относительно оси, параллельной координате  $X$ . При нажатой кнопке «R» изменение положения джойстика приводит к изменению угла его вращения относительно вертикальной оси системы (оси параллельной направлению падения пучка электронов).

Кнопка «FINE SHIFT» переключает чувствительность джойстика: её нажатие (нажатая кнопка подсвечивается) включает режим плавного перемещения, который целесообразно использовать при высоких увеличениях (выше 5000 крат). При меньших увеличениях следует использовать обычный режим работы джойстика (в этом случае кнопка «FINE SHIFT» не подсвечивается).

Ко второму блоку относятся вращающиеся регуляторы (8) и (7), служащие для изменения увеличения и подстройки фокуса соответственно. Нажатием кнопки (9) осуществляется быстрый переход к минимальному увеличению. Кнопка (5) предназначена для переключения режимов настройки фокусного расстояния: при нажатой (подсвеченной) кнопке – грубая настройка фокуса, при не нажатой – плавная. Кнопки, обозначенные (6), служат для автоматической подстройки яркости и контрастности изображения (кнопка «АСВ»), автоматической настройки стигматора (кнопка «AUTOSTIG») и автоматической подстройки фокусного расстояния (кнопка «AUTOFOCUS»).

Третий блок кнопок включает в себя два регулятора (3), назначение которых зависит от состояния кнопки (4). Если она не подсвечивается, то

регуляторы служат для изменения уровня яркости и контрастности (регуляторы «BRT» и «CONT» соответственно). При нажатии кнопки (4) (кнопка подсвечена) регуляторы служат для компенсации астигматизма в направлениях X и Y (регуляторы с надписями «X» и «Y» соответственно).

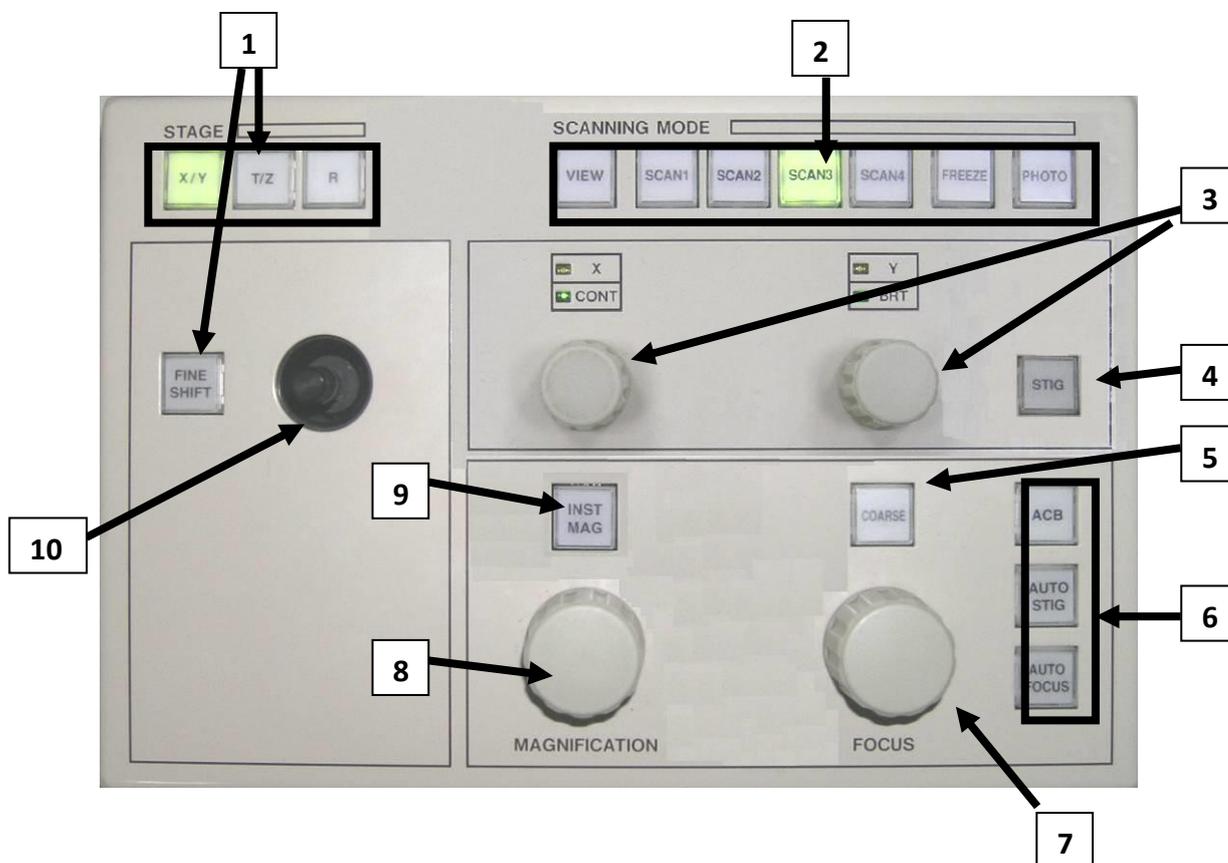


Рисунок 6.1 – Пульт управления микроскопом Jeol JSM-6490.  
Пояснения в тексте.

Четвертый блок кнопок (2) служит для изменения режимов сканирования. Каждой кнопке, за исключением кнопки «FREEZE», поставлен в соответствие один определенный режим сканирования. Изменение режимов сканирования, поставленных в соответствие той или иной кнопке, осуществляется на вкладке «Scan» в меню, вызываемом нажатием кнопок Setup => Fundamental Setup.

Нажатие кнопки «FREEZE» приводит к остановке процесса сканирования по завершению накопления кадра. После остановки сканирования накопленный кадр можно сохранить в виде файла на подключенном к микроскопу компьютере.

## 6.2 Описание программы управления

На рисунке 6.2 представлено изображение главного окна программы. Его основную площадь занимает область изображения (5), в которой в реальном времени отображается процесс сканирования участка образца или накопленный кадр, готовый к сохранению в виде файла.

При остановке процесса сканирования в нижней части (6) накопленного кадра отображается размерный маркер с указанием его длины и рабочие параметры микроскопа, которые были использованы при накоплении кадра. Эта информация сохраняется на файле изображения в случае, если он сохраняется на компьютере.

Набор параметров, которые сохраняются на файле изображения могут быть изменены в меню Setup => Standard Setup => Image Data.

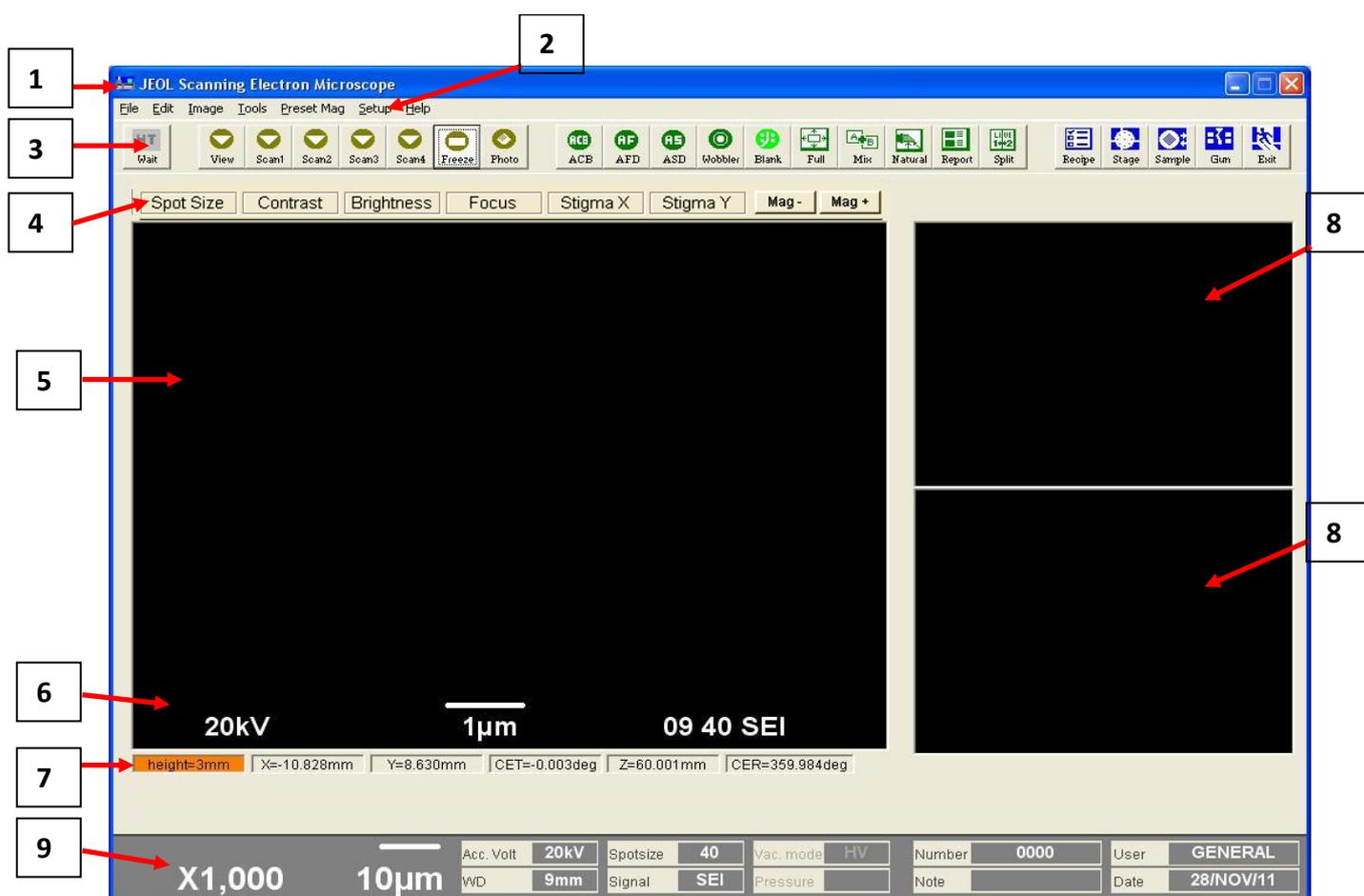


Рисунок 6.2 – Главное окно программы управления микроскопа JEOL JSM-6490  
Пояснения в тексте.

В строке (7), располагающейся под областью изображения, приведены значения текущих координат столика «X», «Y», «Z», значения угла его наклона (обозначение «CET») и угла вращения (обозначение «CER»). Кроме этого, в подсвеченной оранжевым цветом области приведено значение высоты образца (обозначение «height»).

В нижней части главного окна располагается строка (9) с описанием текущих параметров съемки. Основными из них являются текущее значение увеличения, ускоряющее напряжение в киловольтах (графа «Acc.Volt»), текущее значение фокусного расстояния с точностью до единиц миллиметров (графа «WD»), выбранный в данный момент детектор (вторичных или отраженных электронов – графа «Signal»), значение величины «Spot size» в условных единицах (графа «Spot size»). Эта величина характеризует силу тока в конденсорной линзе и может быть интерпретирована как «диаметр пучка» электронов. Большие значения соответствуют большему диаметру пучка и, как следствие, большему току пучка. (более подробно – см. главу 5 и рисунок 5.4).

Нажатие на каждое из перечисленных значений приводит к появлению небольшого меню, в котором можно выбрать и установить новое значение параметра или выбрать тип детектора. В строке (9) также отображается размерный маркер, позволяющий оценить характерный масштаб элементов структуры, отображаемых на изображении.

Немного выше области изображения располагается панель иконок (3). Первым (при отсчете слева направо) на этой панели располагается значок, нажатие которого служит для включения и отключения катода (4). Вид этого значка зависит от состояния вакуумной системы и катода (таблица 6.1).

Далее идет ряд значков, с помощью которых осуществляется выбор режимов сканирования. Эти значки являются аналогами расположенных на пульте управления кнопок с таким же функциональным значением (см. описание пульта управления в п. 6.1). Первые три значка зеленого цвета являются аналогами кнопок, используемых для автоматической настройки яркости и контрастности, фокусного расстояния и параметров стигматора. Наиболее часто используемыми из оставшихся зеленых иконок являются значки с надписью «Wobbler» и «Mix», назначение которых описано ниже.

Таблица 6.1 – Вид кнопки включения накала катода

Вид значка	Состояние вакуумной системы и катода
	Вакуумная система в состоянии откачки вакуума или напуска воздуха в рабочую камеру. Кнопка заблокирована.
	Вакуумная система в откачанном состоянии, накал катода отключен. Нажатие на кнопку приведет к включению накала катода.
	Вакуумная система в откачанном состоянии, накал катода включен. Нажатие на кнопку приведет к отключению накала катода.

При нажатии на кнопку «Wobbler» система начинает циклически изменять фокусное расстояние, что проявляется в периодической фокусировке и расфокусировке изображения. Это необходимо для точной подстройки

положения апертурной диафрагмы: если ее центр несколько смещен относительно оси электронно-оптической системы, то расфокусировка будет сопровождаться также искажениями изображения. При изменении положения апертурной диафрагмы микрометрическими винтами степень искажений будет изменяться, уменьшаясь при приближении к правильному (не смещенному относительно оси электронно-оптической системы) положению. Это позволяет произвести юстировку системы.

Нажатие на кнопку «Mix» приводит к включению режима смещения изображения, получаемого одновременно с двух детекторов. В этом случае в областях (8) будут располагаться изображения с детекторов вторичных и отраженных электронов, а в области (5) – изображение, полученное смещением сигналов с этих детекторов. Если сохранить изображение, полученное при работе в этом режиме, то вместо одного файла с изображением на компьютер сохранятся три файла: один – с изображением с детектора вторичных электронов, второй – с изображением с детектора отраженных электронов, третий – полученный смещением обоих сигналов.

Среди синих значков на панели иконок основными являются значки с надписями «Stage», «Sample», «Gun» и «Exit».

При нажатии на значок с надписью «Sample» появляется небольшое окно с кнопками «Evac» и «Vent», функции которых аналогичны функциям кнопок, расположенных на внешнем корпусе микроскопа (запуск откачки вакуума и напуск воздуха в рабочую камеру, соответственно).

Нажатие кнопки «Exit» приводит к запросу на завершение работы программы и появлению окна с небольшой памяткой о порядке выключения оборудования.

Нажатие на кнопку «Gun» вызывает окно тонкой настройки катодного узла. Оно позволяет регулировать ток накала нити катода и сопротивление смещения, задающее уровень потенциала на цилиндре Венельта. **Внимание!** Тонкая настройка катодного узла должно производиться только опытным пользователем, т.к. неправильная регулировка тока накала может привести к преждевременному выхода катода из строя вследствие перегорания вольфрамовой нити.

Значок с надписью «Stage» открывает окно управления моторизованным столиком (рисунок 6.3). Это окно состоит из трех основных областей.

В области (2) приведены значения текущих координат столика. Нажатие на любую из них приводит к появлению окна, в котором можно задать новое значение координат  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ , а также угла наклона или вращения и тем самым осуществить перемещение столика с образцом.

В области (3) представлена боковая проекция столика, на которой схематически изображена объективная линза и указано положение верхней части держателя и образца. По боковой проекции удобно контролировать перемещение образца по оси  $Z$  с целью недопущения столкновения образца с объективной линзой. При этом важно понимать, что расстояние между верхней частью образца и нижней частью объективной линзы будет

отображаться корректно лишь в том случае, если высота образца, измеренная перед его загрузкой в рабочую камеру, была определена корректно и ее значение было занесено в соответствующее поле (см. главу 7).

В области (3) окна управления моторизованным столиком приведен вид сверху на держатель для образцов. Вид горизонтальной проекции зависит от типа используемого держателя. Перед началом работы необходимо выбрать держатель, соответствующий использованному для закрепления образца, в меню «Holder» окна управления моторизованным столиком (см. строку (1) на рисунке 6.3).

Наиболее часто используемой среди кнопок, расположенных в нижней части окна, является кнопка с надписью «Initial position». Ее нажатие приводит к перемещению столика в такое положение, чтобы его центр располагался в месте падения пучка электронов (это положение соответствует нулевым значениям координат  $X$  и  $Y$ ), а углы вращения и наклона были равны нулю.

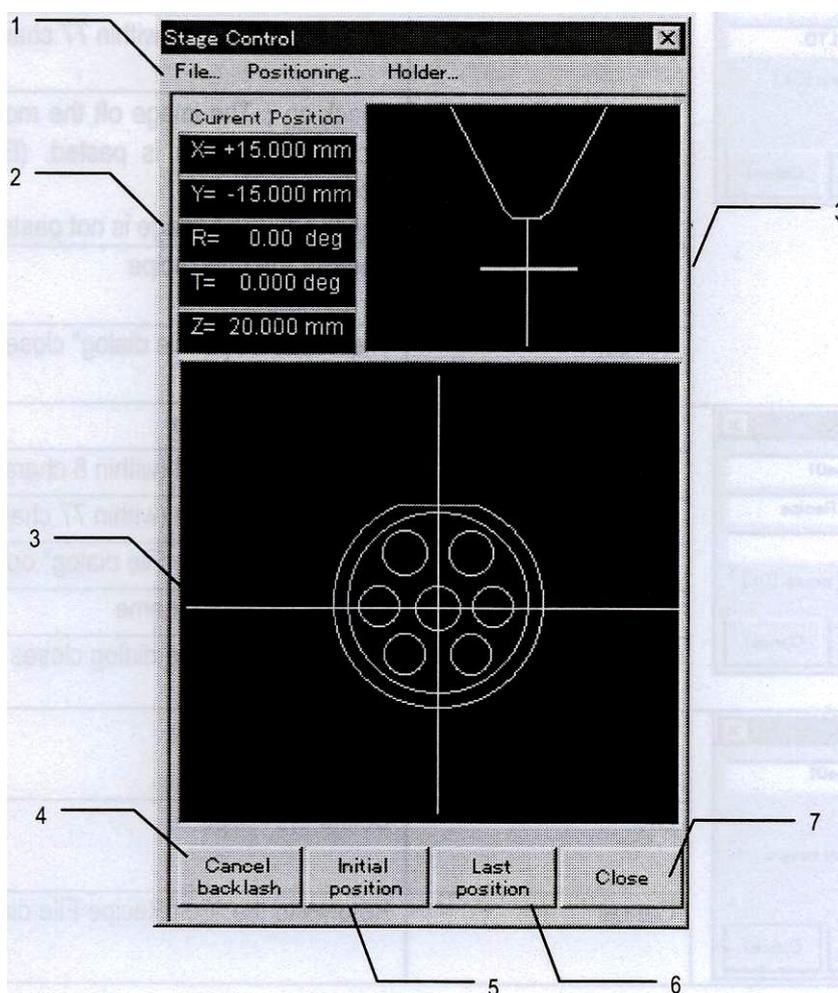


Рисунок 6.3 – Окно настройки геометрического положения и размеров предметного столика.  
Пояснения в тексте.

Нажатие кнопки с надписью «Close» закрывает окно управления моторизованным столиком.

Строка меню (2) главного окна программы содержит пункты «File», «Edit», «Image», «Tools», «Preset Mag», «Setup» и «Help». Чаще всего они используются для решения описанных ниже задач.

Во вкладке «Auto Function» окна, вызываемого из меню «Setup» => «Fundamental setup» задается высота образца перед его загрузкой в рабочую камеру (рисунок 6.4). Эта же вкладка выводится на экран, если нажать на значение высоты образца, подсвеченное оранжевым цветом в строке (7) главного окна программы.

Во вкладке «Scan» окна, вызываемого из меню «Setup» => «Fundamental setup» настраиваются режимы сканирования, соответствующие кнопкам «Scan1», «Scan2», «Scan3» и «Scan4» на пульте управления и значкам с аналогичными обозначениями в верхней части главного окна программы.

С помощью меню, выпадающего при нажатии на пункт меню «File», можно открыть сохраненное ранее изображение для его редактирования посредством ряда встроенных в программу инструментов, которые располагаются в меню «Image». К ним относятся инструменты, позволяющие наносить надписи «поверх» фотографии и измерять размеры между отображаемыми на ней элементами.

В пункте «Scan rotation» меню «Tools» можно программным способом осуществить вращение прямоугольного участка анализа в горизонтальной плоскости.

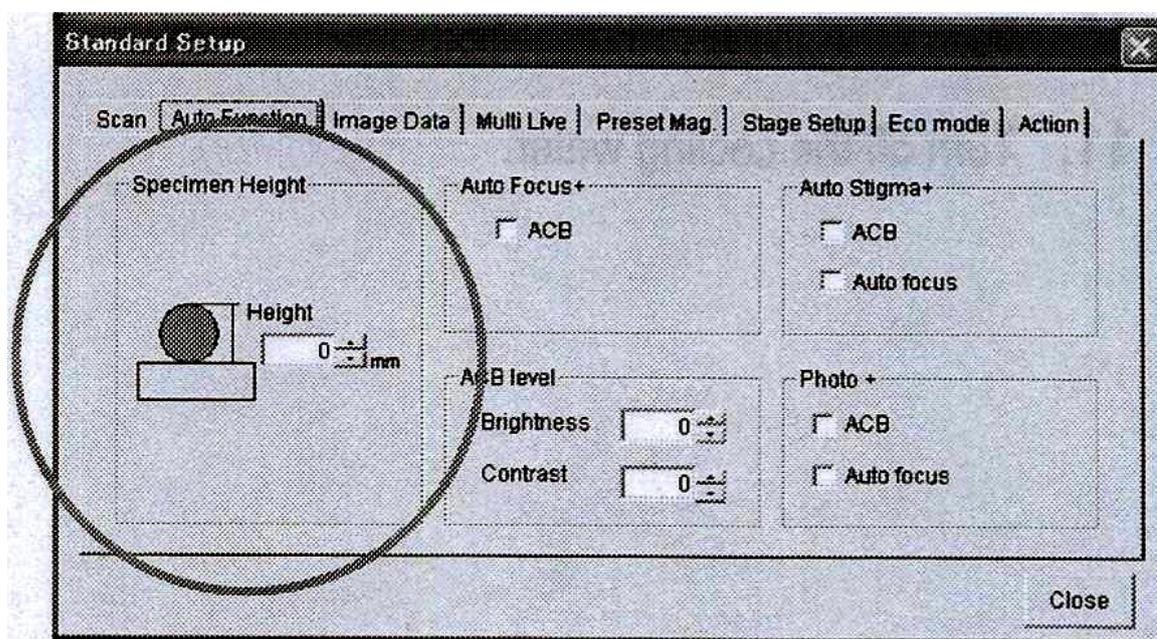


Рисунок 6.4 – Окно для установки высоты образца

### 6.3 Описание кнопок, вынесенных на основной корпус микроскопа

На основной корпус микроскопа вынесены кнопки управления вакуумной системой и замок с ключом, используемым для запуска прибора (рисунок 6.5).



Рисунок 6.5 – Общий вид микроскопа. На переднем плане – основной корпус с ключом для запуска прибора и кнопками управления вакуумной системой

Ключ для запуска микроскопа может находиться в трех положениях, отвечающих различным состояниям прибора. Положение «Off» (рисунок 6.6) соответствует выключенному микроскопу. Для его включения необходимо сначала перевести его в положение «On», затем – в положение «Start». После этого должна запуститься вакуумная система, а ключ должен вернуться в положение «On».



Рисунок 6.6 – Увеличенное изображение ключа для запуска микроскопа и кнопок управления вакуумной системой

Кнопки с надписью «Vent» и «Evac» на рисунке 6.6 служат для напуска воздуха в рабочую камеру или откачки вакуума соответственно. Кнопки могут быть равномерно подсвечены («Vent» – оранжевым, «Evac» – зеленым) или мерцать. Мерцание говорит о том, что процесс напуска воздуха (или откачки вакуума) еще не завершен, равномерная подсветка – о том, что процесс завершен.

## Глава 7 – Порядок действий при работе с микроскопом Jeol JSM-6490

Начинающий исследователь должен строго придерживаться разработанных для данного прибора инструкций и постепенно накапливать навык работы.

### 1. Включение микроскопа

**1.1.** Подключить микроскоп Jeol JSM-6490 к внешней сети напряжения:

- Включить на распределительном щитке комнаты № 339, расположенном справа от входа, переключатели «Общий» и «РЭМ».

- Включить в розетку шнуры питания сетевого фильтра и источника бесперебойного питания.

- Включить источник бесперебойного питания нажатием кнопки «On» на его корпусе.

- Через 10-15 секунд после включения источника бесперебойного питания перевести выключатель холодильника в положение «On».

**1.2.** Убедиться, что все блоки микроскопа находятся во включенном состоянии:

- Блок управления микроскопом INCA Energy (лампочки на синих блоках mics и x-stream системы INCA Energy горят желтым или зеленым цветом).

- Система охлаждения диффузионного насоса включена (на электронном табло холодильника отображается значение текущей температуры теплоносителя (рисунок 5.3)).

- Сетевой фильтр включен.

- Стабилизатор напряжения включен.

**1.3.** Перевести ключ включения микроскопа в промежуточное положение «On». Затем слегка повернуть ключ в положение «Start» и отпустить так, чтобы ключ вернулся в промежуточное положение «On».

**1.4.** Запустить программу управления микроскопом:

- Включить компьютер, управляющий работой микроскопа.

- Включить компьютер, управляющий системой рентгеновского микроанализа INCA.

- Запустить программу управления с помощью ярлыка «SEM main menu» на рабочем столе.

**1.5.** Если в рабочей камере установлен столик с образцом, необходимо убедиться, что он расположен на достаточном расстоянии от детекторов. Расстояние между детектором и столиком должно быть, как минимум, на 10 мм больше высоты образца. Если указанное расстояние менее 10 мм, необходимо отодвинуть держатель с образцом. Для этого необходимо сделать следующее (более подробно программа управления микроскопом описана в следующей главе):

- Нажать кнопку Stage
- Изменить величину координаты Z (Z должно быть на 10 мм больше чем высота образца)

1.6. Напустить в камеру воздух:

- Нажать кнопку «Vent».
- Дождаться пока лампочка в кнопке «Vent» перестанет моргать.

## 2. Работа с образцом:

2.1. Загрузка образца в рабочую камеру:

- Поместить образец на держатель исследуемой поверхностью вверх.
- Убедиться, что образец надежно закреплен и не содержит на поверхности частиц пыли, для чего несколько раз обдуть его из специальной резиновой груши.

• Если образец слетает с держателя при обдувке, его необходимо закрепить, обеспечив при этом электрический контакт образца с держателем, для этого следует использовать углеродный скотч.

**• Измерить линейкой высоту образца и занести это значение в программу. Внимание! Высоту необходимо отсчитывать от выступающей над краем держателя части.**

- Открыть дверцу рабочей камеры микроскопа

• Поместить держатель с образцом в специальный паз в рабочей камере.  
**Внимание! Необходимо следить, чтобы при этом образец или руки не коснулись поверхности детекторов. Также нежелательно касаться внутренней стороны стенок вакуумной камеры микроскопа.**

- Закрыть дверцу рабочей камеры микроскопа и зафиксировать ее защелкой.

2.2. Произвести откачку вакуума в рабочей камере:

- Нажать кнопку «EVAC» и удерживать ее несколько секунд.

• Подождать когда зеленая лампочка в кнопке «EVAC» перестанет мигать и начнет светить постоянно зеленым светом (процесс откачки камеры занимает примерно 5 минут при условии, что диффузионный насос вышел на рабочую температуру; в противном случае время откачки составляет 15-20 минут).

2.3. В меню «Holder» окна управления столиком выбрать тип держателя, соответствующий использованному при загрузке образца (см. главу 6).

2.4. Подвести образец к объективной линзе на необходимое расстояние, используя программу управления предметным столиком. Для этого изменить координату Z предметного столика (обычно координата Z выбирается таким образом, чтобы расстояние между исследуемой поверхностью образца и объективной линзой составляло 10 мм).

**2.5.** Снизить увеличение до минимального. Для этого можно использовать пульт управления микроскопом (кнопка «INST MAG») или программу управления.

**2.6.** Установить необходимое ускоряющее напряжение пучка электронов, используя программу управления микроскопом.

**2.7.** Выбрать необходимый детектор для получения изображения (детектор отраженных или вторичных электронов).

**2.8.** Установить режим быстрого просмотра изображения, для чего нажать кнопку «Scan2» на пульте управления микроскопом или в программе управления.

**2.9.** Сделать запись в рабочем журнале. Запись должна содержать информацию о дате проведения исследования, фамилии оператора, проводящего исследование, времени включения и выключения катода и общее время его работы. Желательно также внести краткую информацию об исследуемом образце.

**2.10.** Включить электронную пушку, для чего необходимо нажать кнопку «On/Off» в верхнем левом углу программы управления микроскопом.

**2.11.** Произвести первичную настройку баланса яркости/контраста, нажав кнопку автоматической настройки в программе или на пульте управления (кнопка «АСВ»).

**2.12.** Провести автоматическую фокусировку, нажав соответствующую кнопку в программе или на пульте управления (при этом программа точно оценит рабочее расстояние между образцом и пушкой) кнопка «AFD» или «AUTO FOCUS». При необходимости провести подстройку фокуса вручную, используя вращающиеся ручки на пульте управления (см. главу 6).

**2.13.** При необходимости скорректировать положение предметного столика.

**2.14.** Установить необходимое для данного исследования увеличение соответствующей кнопкой в программе или с пульта управления (см. главу 6).

**2.15.** Провести автоматическую настройку яркость/контрастность. Если необходимо, подкорректировать яркость/контрастность вручную (с помощью ручек на пульте управления) и фокусное расстояние.

**2.16.** При наличии признаков астигматизма провести настройку стигматоров автоматически или в ручном режиме (с помощью ручек пульта управления по X и Y направлениям).

**2.17.** При наличии признаков смещения апертурной диафрагмы скорректировать ее положение микрометрическими винтами. Для этого нажать кнопку «wobbler» и, вращая микрометрические винты, добиться в появившемся окне изображения, при котором происходила бы только

фокусировка-расфокусировка выбранного места на образце (равноосное увеличение размеров объекта) без смещения элементов структуры вдоль любого направления. Винты тонкой настройки положения апертурной диафрагмы находятся на электронно-оптической колонне (рисунок 7.1). Вращение правой ручки корректирует «качание» изображения в вертикальном направлении, вращение левой – в горизонтальном.

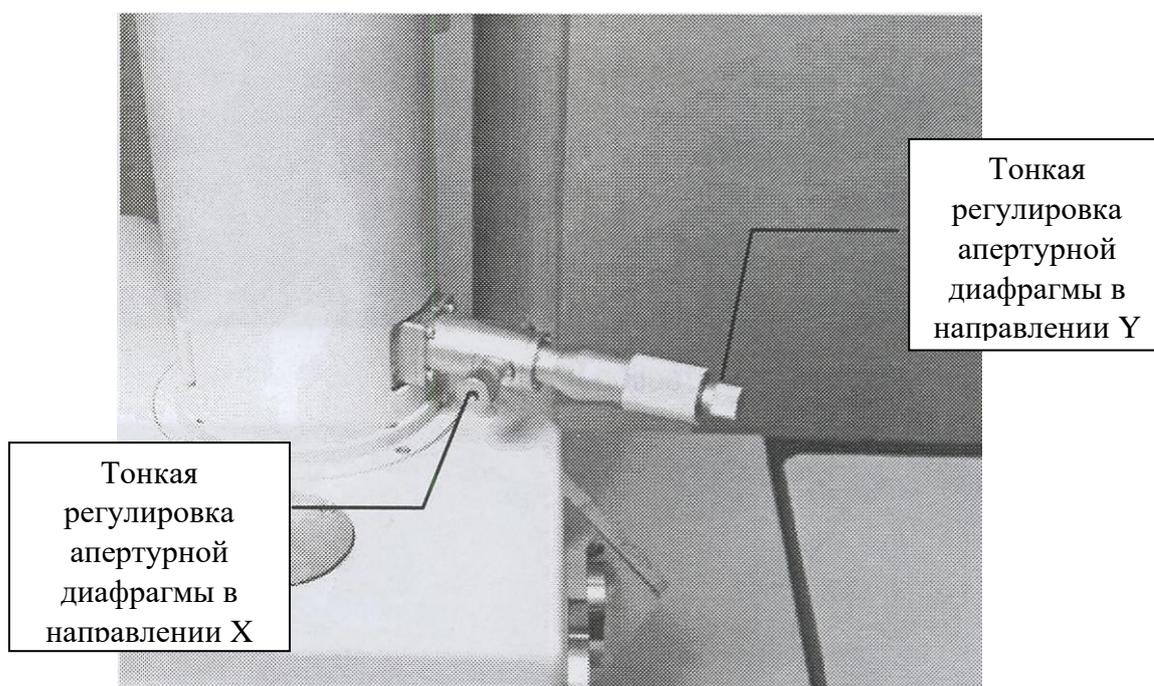


Рисунок 7.1. – Ручки тонкой настройки положения апертурной диафрагмы

**2.18.** Выбрать область исследования на образце.

**2.19.** Произвести подстройку фокуса.

**2.20.** Сохранить изображение в одном из доступных пиксельных разрешений нажатием соответствующей кнопки («Photo», «Scan 4» или «Scan 3») на пульте управления или в программе.

**2.21.** Сохранить изображение в папку на компьютере. Структура папок, в которых сохраняются изображения, имеет вид «C:\Image\Year\Month\Date\Surname\Specimen\_info\», где Year – текущий год, Month – текущий месяц, Date – дата проведения исследования, Surname – фамилия исследователя, Specimen\_info – условное наименование образца.

### **3. Завершение работы и выключение микроскопа:**

**3.1.** Отодвинуть столик с образцом на безопасное расстояние от объективной линзы, изменив координату Z.

**3.2.** Отключить накал катода.

**3.3.** Закрыть программу управления.

- 3.4.** Выключить компьютер, управляющий микроскопом.
- 3.5.** Выключить микроскоп Jeol JSM-6490, повернув ключ на панели микроскопа в положение «off».
- 3.6.** Выключить компьютер, управляющий системой рентгеновского микроанализа INCA.
- 3.7.** Через 15-20 минут после выключения микроскопа выключить питание системы охлаждения диффузионного насоса.
- 3.8.** Выключить источник бесперебойного питания, нажав кнопку «Off» на его корпусе.
- 3.9.** Опустить переключатель «РЭМ» на распределительном щитке комнаты №339. Опустить переключатель «Общий» (в случае, если в комнате нет подключенных к сети приборов).

## Заключение

Настоящее пособие является лишь вводным курсом в такую обширную область физического знания, как электронная микроскопия. Интересующийся читатель может самостоятельно изучить предлагаемые ниже источники с тем, чтобы повысить уровень своих знаний в этой области.

Так, дополнительную информацию об истории развития электронной микроскопии можно найти на сайтах производителей приборов и в обзорных статьях по истории предмета. Заслуживают внимания обзор автора Tim Palucka, размещенный по адресу <https://authors.library.caltech.edu/5456/1/hrst.mit.edu/hrs/materials/public/ElecMicro.htm>, и статья [7]. Краткое описание основных вех в развитии электронной микроскопии, написанное производителями приборов, доступно по ссылкам, приведенным ниже:

1. <https://www.zeiss.com/corporate/int/about-zeiss/history/technological-milestones//electron-microscopy.html>
2. <https://www.hitachi-hightech.com/site/jp/about/ieee/en/history.html>
3. <https://www.fei.com/introduction-to-electron-microscopy/history/>
4. <https://www.jeol.co.jp/en/corporate/outline/history.html>

Обучающие материалы по электронной микроскопии регулярно размещаются в русскоязычном сообществе компании «Tescan» в социальной сети «ВКонтакте» (<https://vk.com/tescanru>), основы предмета кратко изложены в пособии компании Jeol, доступном по адресу <https://www.jeol.co.jp/en/applications/detail/891.html>, и презентации компании Zeiss (доступна по ссылке <https://mrl.illinois.edu/sites/default/files/pdfs/ZEISS%20UIUC%20Lunch%20and%20Learn%20Basics%20of%20EM-optimized.pdf>).

Интересующемуся читателю могут быть также полезны программы для визуализации и расчетов траекторий электронов в твердом теле с применением метода Монте-Карло. Обзор программных продуктов, в которых реализованы эти возможности, приведен на сайте <https://www.lehigh.edu/~maw3/link/msoft/mcsim.html>.

Большая подборка справочных материалов по электронной микроскопии может быть найдена в электронном приложении к монографии [8].

В заключительной части учебного пособия скажем несколько слов об одном из перспективных направлений развития методики РЭМ. Оно связано с разработкой приборов, позволяющих получать изображения высокого качества в условиях работы при низких значениях ускоряющего напряжения электронов. Потребность в работе при низких ускоряющих напряжениях очевидна: уменьшение энергии электронов существенно улучшает пространственное разрешение методики вследствие уменьшения размеров области взаимодействия электронов пучка с образцом. Некоторые производители аналитических приборов, устанавливаемых на микроскопы,

уже расширили модельный ряд своих приборов за счет анализаторов, приспособленных специально для работы с электронными пучками малых (5 кэВ и менее) энергий. Таким образом, можно с уверенностью сказать, что электронная микроскопия будущего – это микроскопия, «работающая» с пучком, электроны которого ускорены относительно слабым электрическим полем.

Необходимо заметить, что переход к пучкам малых энергий требует решения ряда технических задач и интенсивной разработки теоретических основ методики. В частности, изменения конструкции микроскопов должны быть направлены на преодоление негативных эффектов от вызванного снижением ускоряющего напряжения увеличения хроматической абберации и снижения электронной яркости пучка электронов. Причины возникновения указанных сложностей можно качественно описать следующим образом: электроны, недостаточно сильно разогнанные ускоряющим напряжением, «успевают» интенсивнее взаимодействовать друг с другом и препятствуют «сжатию» их в узконаправленный пучок, чего не происходит при более высоких скоростях их движения, если они разгоняются большей разностью потенциалов.

Сложности теоретического характера заключаются в том, что эмпирические законы, описывающие взаимодействие электронов с образцом, удовлетворительно работают лишь при высоких (более 5 кэВ) энергиях электронов. Так, например, уравнение, используемое для описания потерь энергии электронов при упругом рассеянии, не работает в области низких ускоряющих напряжений. То же самое можно сказать и об уравнении, описывающем связь между диаметром пучка электронов и коэффициентами сферической и хроматической абберации.

Рассмотренный частный пример свидетельствует о том, что далеко не все технические и теоретические проблемы методики РЭМ в настоящее время решены. Таким образом, электронная микроскопия остается столь же привлекательной областью науки, как и ранее. В ней найдется место как для талантливых инженеров и экспериментаторов, так и для проникательных теоретиков.

## **Приложение 1 – Пробоподготовка образцов**

### **1. Требования к образцам**

Конструктивные особенности микроскопа Jeol JSM-6490 определяют ряд требований к исследуемым образцам.

В частности, размеры рабочей камеры накладывают ограничения на максимальную высоту и диаметр образцов. Эти величины составляют 70 мм и 200 мм соответственно. Необходимость поддержания высокого уровня вакуума в рабочей камере означает, что исследуемые образцы должны быть стабильны в условиях высокого вакуума. Очевидно, образцы также должны быть стабильны под воздействием электронного пучка. При исследовании образцов непроводящих материалов желательно обеспечить возможность «стекания» электрического заряда с исследуемой поверхности. Этого можно добиться посредством нанесения на нее тонкого слоя проводящего материала.

### **2. Первичная подготовка образцов и выбор области исследования**

Независимо от типа проводимого исследования, необходимо осуществлять первичную подготовку пробы (шлифа, излома или порошка) таким образом, чтобы исследуемый образец был репрезентативен относительно целой заготовки, из которой он изготавливается. В случае невозможности изготовления одного образца, характеристики (структура, фазовый состав) которого могут с высокой точностью характеризовать заготовку в целом, имеет смысл подготовить несколько проб заготовки.

То же самое можно сказать о выборе участка для анализа на исследуемом образце. Выбирать его следует так, чтобы исследования, выполненные на нем, характеризовали бы образец в целом. Съемку образцов желательно осуществлять, используя различные увеличения. Это позволит характеризовать структуру материала на разных масштабных уровнях (как макро-, так и микроструктуру).

### **3. Процедура пробоподготовки**

В зависимости от типа исследования процедура пробоподготовки образцов может сильно различаться. Ниже представлены рекомендации, касающиеся подготовки образцов к проведению исследований, необходимость в которых возникает чаще всего при решении материаловедческих задач.

1. Исследование шлифов для определения размеров зерен и структурных составляющих (в случае реализации контраста от каналирования электронов – см. главу 4):

– механическая полировка с последующей электрополировкой (для металлических материалов) или с финишной полировкой на суспензии с мелкодисперсным абразивом (для керамических материалов);

2. Исследование шлифов для определения размеров зерен и структурных составляющих (в случае реализации топографического контраста):

– механическая полировка, электрополировка (для металлических материалов) или полировка на суспензии с мелкодисперсным абразивом (для керамических материалов) с последующим химическим травлением;

3. Исследование поверхностей изломов для приближенной оценки размера зерен в керамиках или определения характера разрушения металлических материалов:

– поверхность разрушенного образца не должна подвергаться механической обработки, ее достаточно очистить от пыли, сдуть ее воздухом из резиновой груши;

4. Исследование порошков для оценки дисперсности частиц:

– порошковую пробу следует зафиксировать на подложке смачиванием спиртом с последующей сушкой или приклеиванием на специальный проводящий скотч.

Приведенные выше рекомендации не охватывают все возможные типы исследований. Кроме этого, во многих случаях необходимо корректировать процедуру пробоподготовки в зависимости от химического и фазового состава материала и его структурного состояния.

## Приложение 2 – Физические процессы в детекторах электронов

### 1. Твердотельный (полупроводниковый) детектор.

Рабочее тело твердотельного детектора представляет собой тонкую пластину полупроводника, в которой создан  $p$ - $n$ -переход. Как известно из теории полупроводников, при отсутствии внешних воздействий в области  $p$ - $n$ -перехода формируется потенциальный барьер. При этом электрический ток через переход равен нулю.

Ширина запрещенной зоны  $E_g$  в обычных полупроводниках составляет несколько электрон-вольт (у кремния 1,12 эВ; у германия 0,67 эВ; у арсенида галлия 1,43 эВ.). Электрон с кинетической энергией  $E > E_g$ , попавший в материал полупроводника, взаимодействует с его электронами. В результате электроны из валентной зоны перебрасываются в зону проводимости и, тем самым, образуют электронно-дырочные пары. Ясно, что отраженный электрон с энергией в единицы или десятки кэВ может создать тысячи электронно-дырочных пар.

Возникшие электроны проводимости и дырки являются подвижными носителями электрических зарядов и с течением времени должны рекомбинировать. Однако, электрическое поле в области  $p$ - $n$ -перехода приводит их в упорядоченное движение. Электроны проводимости движутся в сторону повышения потенциального барьера, дырки – в противоположном направлении (рисунок П.2.1).

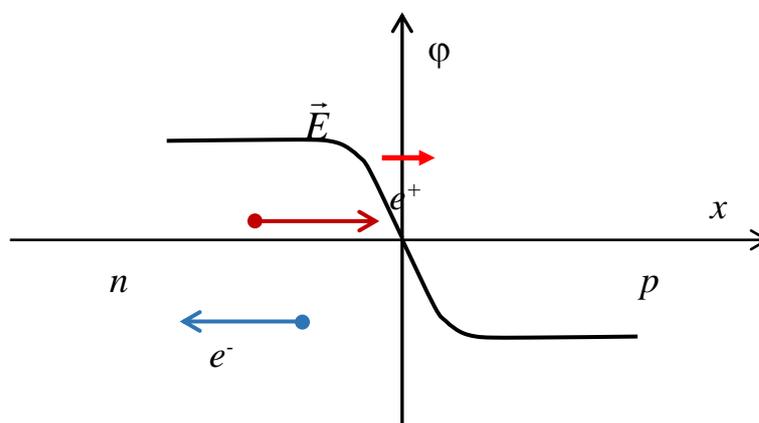
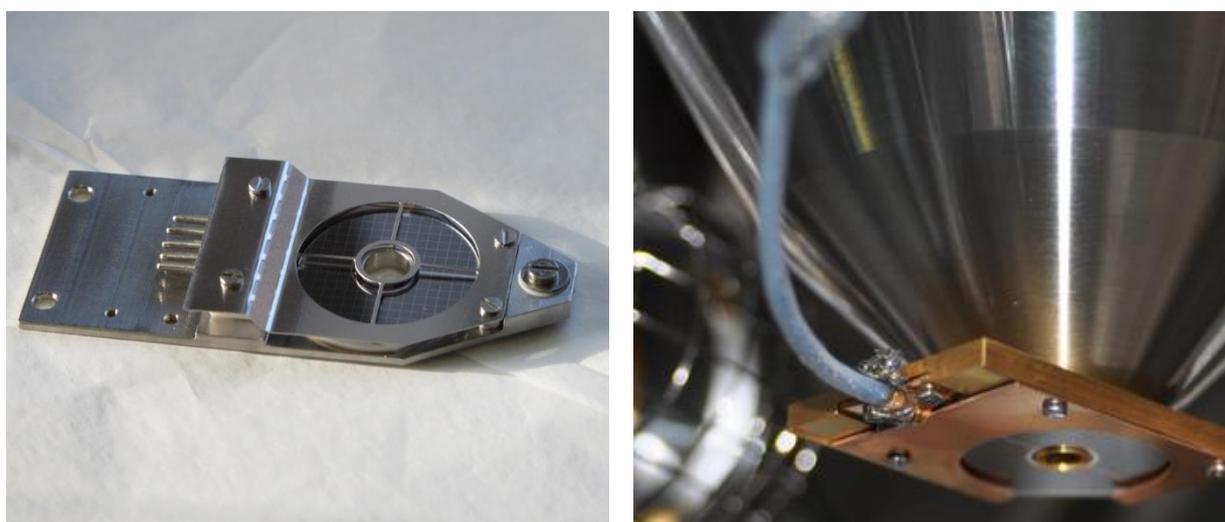


Рисунок П.2.1 – Схема прохождения образованных подвижных носителей электрического заряда через  $n$ - $p$ -переход.

На горизонтальной оси – координата, на вертикальной – потенциал. Дырки перемещаются в направлении понижения потенциального барьера, электроны проводимости – в противоположном направлении.

Следовательно, потоки частиц с разноименными зарядами движутся в противоположных направлениях. Если  $n$ - $p$ -переход включить в электрическую цепь, то при попадании в полупроводник электрона достаточной энергии по цепи пройдет импульс тока.

Современный полупроводниковый детектор электронов, используемый в РЭМ, в большинстве случаев реализован в виде нескольких полупроводниковых пластин в форме двух или четырех сегментов круга и усилителя сигнала. Сигнал от каждой полупроводниковой пластины может быть собран независимо, а различные способы обработки сигналов (их сложение или вычитание) позволяют реализовать различные типы контраста. Небольшая толщина пластин детектора позволяет устанавливать его в непосредственной близости от образца (как правило, под объективной линзой). В зависимости от конструкции микроскопа детектор может быть жестко закреплен под объективной линзой или располагаться на подвижном держателе, который позволяет выдвигать его под линзу или убирать в сторону. Пример полупроводникового детектора приведен на рисунке П 2.2.



*а*

*б*

Рисунок П 2.2 – Полупроводниковый детектор электронов в виде отдельного устройства (*а*) и установленный под объективной линзой внутри рабочей камеры микроскопа (*б*)

## 2. Сцинтилляционный детектор с фотоэлектрическим умножителем

Сцинтиллятор вместе с фотоэлектрическим умножителем составляет конструктивно единый прибор.

В экспериментальной физике используются твёрдые (неорганические кристаллы, органические пластмассы), жидкие, газообразные сцинтилляторы.

Электрон с достаточно большой энергией, попав в сцинтиллятор, вызывает в нём сложный каскад процессов, который в целом называется люминесценцией. При передаче энергии электрона атомам вещества, они переходят в различные возбужденные состояния. Через малый интервал времени (характерное время высвечивания  $\tau$ ) атомы сцинтиллятора возвращаются в свои основные состояния, испуская при этом фотоны оптического диапазона.

Малое время высвечивания  $\tau$  обуславливает быстроедействие сцинтилляционного детектора. Для используемых в РЭМ сцинтилляторов время  $\tau$  составляет  $10^{-8} - 10^{-9}$  с и менее.

Ясно, что сцинтиллятор должен быть прозрачным для собственного генерируемого излучения. По этой причине далеко не каждое прозрачное вещество может служить сцинтиллятором.

Важной характеристикой сцинтиллятора является световыход – количество фотонов, излучаемых сцинтиллятором при поглощении определённого количества энергии. Хорошие сцинтилляторы имеют световыход в несколько десятков фотонов на 1 кэВ.

Сцинтиллятор с помощью световода соединяется с фотокатодом фотоэлектрического умножителя (ФЭУ). Размеры световода определяются конструктивными особенностями конкретного прибора. Основное требование к световоду – отсутствие потерь потока фотонов от сцинтиллятора к фотокатоду.

ФЭУ представляет собой электронный вакуумированный прибор. Световод крепится к торцу ФЭУ. На внутреннюю поверхность этого торца нанесён тонкий слой металла с малой работой выхода, являющегося фотокатодом. Фотон, выйдя из сцинтиллятора через световод, попадает на фотокатод и вызывает фотоэффект (рисунок П.2.3).

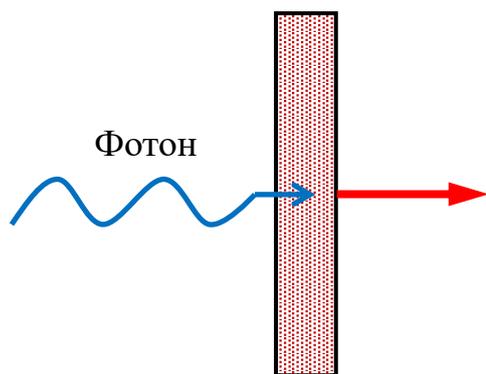


Рисунок П.2.3 – Схема фотоэффекта на фотокатоде

Спектральная чувствительность фотокатода должна соответствовать спектру люминесценции используемого сцинтиллятора. Тогда количество фотоэлектронов на один падающий фотон будет максимальным.

Фотоэлектрон с помощью фокусирующего электрода попадает в диодную систему ФЭУ (рисунок П.2.4).

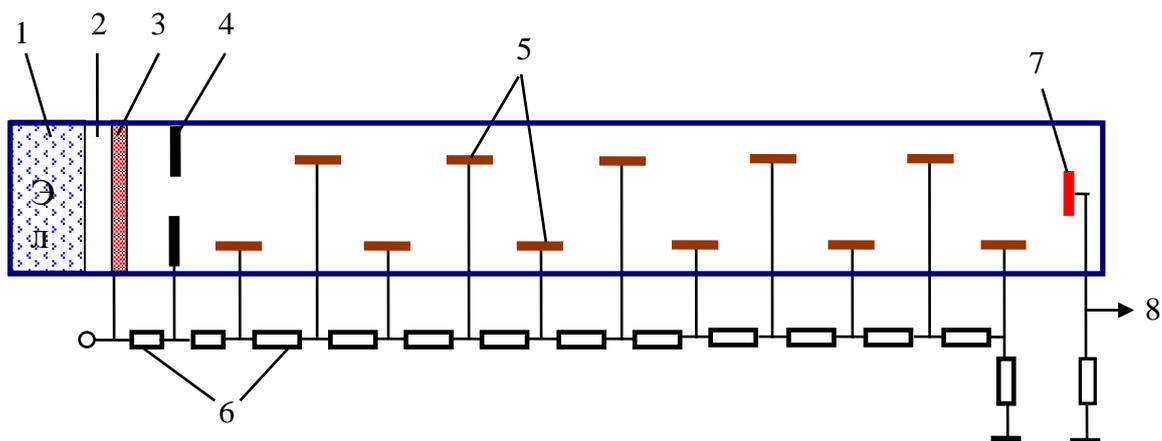


Рисунок П.2.4 – Схема сцинтилляционного детектора с ФЭУ.  
 1 – сцинтиллятор, 2 – световод, 3 – фотокатод, 4 – фокусирующий электрод, 5 – диноды, 6 – делители напряжения, 7 – анод, 8 – выходной сигнал. Элементы 3 – 7 составляют ФЭУ

Диноды представляют собой набор электродов, расположенных между фотокатодом и анодом. Диноды подключены к делителю напряжения таким образом, что потенциал каждого последующего динода выше потенциала предыдущего.

Обычно напряжение между парой соседних динодов превышает 100 В. Понятно, что на электрон, находящийся между динодами действует электрическое поле, ускоряющее его от фотокатода к аноду.

Каждый динод покрыт веществом с коэффициентом вторичной эмиссии  $S$ , превышающим единицу.

Таким образом, поток электронов, двигаясь от динода к диноду, экспоненциально увеличивается. При полном сборе вторичных электронов динодами коэффициент усиления электронного тока равен  $S^N$ , где  $N$  – число динодов.

Для увеличения сбора вторичных электронов используются специальные формы динодов: коробчатые, корытообразные, жалюзийные.

Анод (или последний динод) подключен к нагрузочному резистору. Вследствие большого коэффициента усиления тока сигнал с нагрузки, как правило, не требует дополнительного усиления.

Сцинтилляционный детектор характеризуется большими размерами по сравнению с полупроводниковым детектором. В связи с этим внутри рабочей камеры микроскопа он располагается на некотором удалении от объективной линзы и держателя с образцом. Для повышения эффективности сбора электронов перед детектором располагается сетка, на которую подается положительный потенциал.

Как правило, сцинтилляционный детектор и фотоэлектрический умножитель сопрягаются конструктивно в едином блоке. Пример конструкции «сцинтиллятор + фотоумножитель» приведен на рисунке П.2.5.



Рисунок П.2.5 – Блок детектора «сцинтиллятор + фотоумножитель»

### Приложение 3 – Катоды – источники электронов.

Источником свободных электронов для формирования пучка является катод электронной пушки.

В катодный узел входит собственно катод – элемент, из которого выходят электроны проводимости, становясь свободными, – и конструктивные элементы, которые обеспечивают формирование пучка электронов высокой интенсивности, слабой расходимости и с малым разбросом по скоростям (и следовательно, по кинетической энергии).

Одной из важнейших характеристик катода, является его электронная яркость  $\beta$ . Эта физическая величина характеризует поток генерируемых катодом электронов, приходящийся на единицу площади и единичный телесный угол. Значение электронной яркости вычисляется по формуле:

$$\beta = \frac{i_p}{(\pi \alpha_p d_p)^2}, \quad (\text{П.1.1})$$

где  $i_p$  – сила тока электронов, выходящих из катода,  $d_p$  – диаметр пучка электронов,  $\alpha_p$  – угол расходимости пучка.

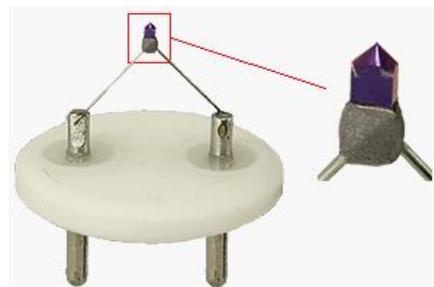
В зависимости от физического процесса эмиссии электронов, катоды подразделяются на два типа: термоэмиссионные и полевые.

В устройствах первого типа электроны выходят из материала катода в результате термоэлектронной эмиссии, что требует разогрева материала до достаточно высокой температуры. Нагрев происходит из-за эффекта Джоуля-Ленца, для чего через катод пропускается электрический ток.

Важное требование, предъявляемое к материалу термоэмиссионных катодов – низкое значение работы выхода электрона. Основными материалами термокатодов чаще всего являются вольфрам (в форме тонкой нити) или гексабориды редкоземельных металлов (лантана или церия). Катоды из гексаборидов используются в форме монокристаллов. Фотографии термоэмиссионных катодов приведены на рисунке П.3.1.



Вольфрамовый катод



катод из гексаборида дантана

Рисунок П.3.1 – Примеры термоэмиссионных катодов

Важным элементом катодного узла на основе вольфрамового термоэмиссионного катода является цилиндр Венельта. Он представляет собой электрод, располагающийся между катодом и анодом. Электрическая

цепь цилиндра Венельта соединена с катодом и анодом так, что на него подается потенциал смещения. Это приводит к тому, что электрическое поле вблизи катода является неоднородным, Форма поля такова, что электрические силы, действующие на эмитированные электроны, искривляют их траектории так, что происходит сужение пучка (рисунок П.3.2).

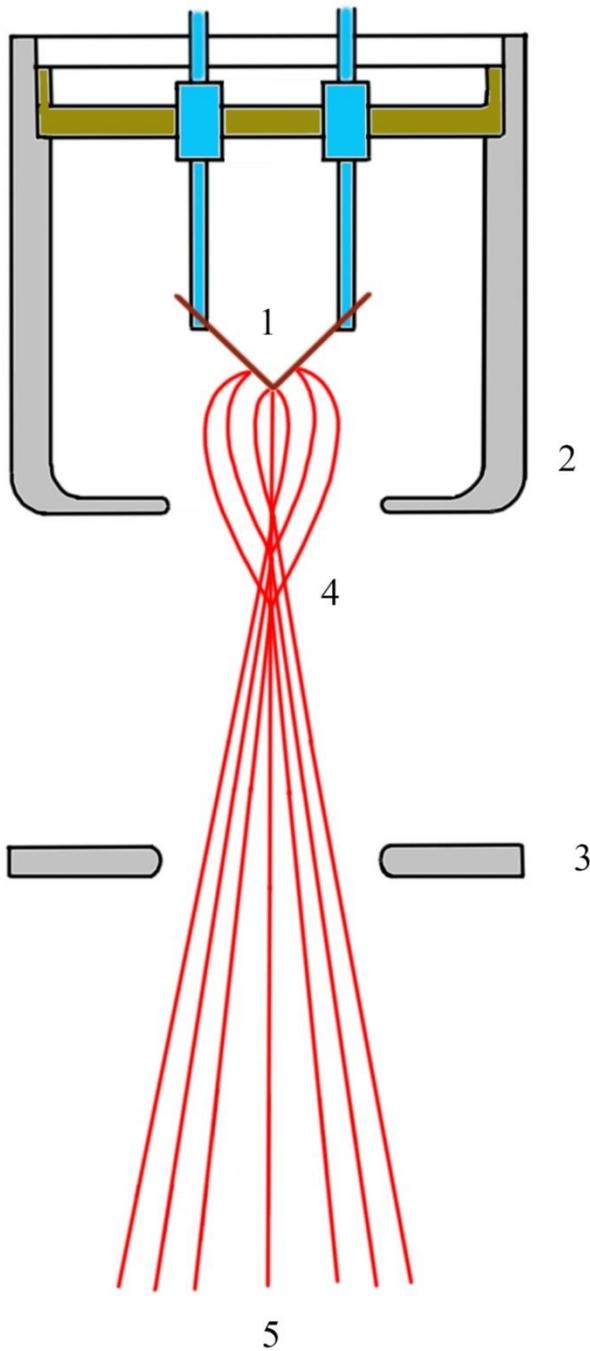


Рисунок П.3.2 – Схема катодного узла с термоэмиссионным катодом и цилиндром Венельта.

- 1 – нить накала из вольфрамовой проволоки;
- 2 – цилиндр Венельта;
- 3 – анод;
- 4 – кроссовер (область минимального сечения электронного пучка);
- 5 – электронные пучки.

В результате поток эмитируемых с нагретого катода электронов фокусируется в небольшой (порядка 10 мкм) области под катодом – в точке кроссовера (в англоязычной литературе – «crossover point»).

Основным регулируемыми параметрами катодного узла являются сила тока накала нити катода, сопротивление смещения, определяющее потенциал

на цилиндре Венельта, и расстояние между цилиндром Венельта и нижней частью нити катода (электрическая схема катодного узла приведена на рисунке П.3.3). Стандартная процедура настройки термоэмиссионного катода после его замены главным образом сводится к определению оптимального тока накала. Это значение соответствует минимальному току накала, при котором достигается максимальная электронная яркость катода. Превышение оптимального тока накала не приводит к увеличению яркости катода, но снижает время его работы.

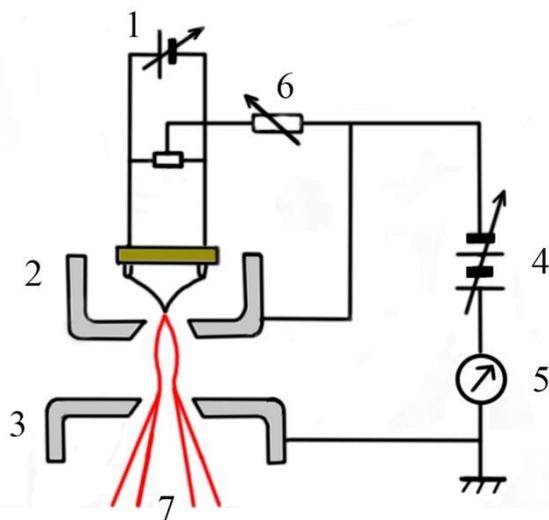


Рисунок П.3.3 – Схема электрической цепи катодного узла с термоэмиссионным катодом и цилиндром Венельта.  
 1 – цепь накала катода; 2 – цилиндр Венельта; 3 – анод; 4 – источник анодного напряжения; 5 – измеритель тока эмиссии; 6 – сопротивление смещения ; 7 – пучок электронов.

В полевых катодах поток выходящих электронов формируется в результате автоэлектронной (холодной) эмиссии, которая обеспечивается приложением к металлу сильного электростатического поля. Основным механизмом эмиссии является туннельный эффект.

Типичным материалом полевого катода служит монокристаллический вольфрам в форме стержня с малым радиусом закругления при вершине. малый радиус закругления вершины важен потому, что напряженность электрического поля растёт с увеличением радиуса кривизны поверхности.

Для снижения работы выхода электронов на поверхность катода могут наносить покрытие оксида циркония. Фотография оконечности полевого катода приведена на рисунке П.3.4.

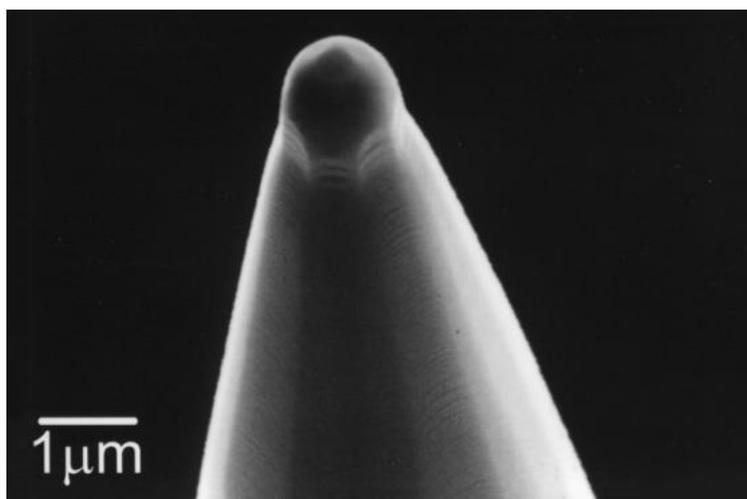


Рисунок П.3.4 – Микрофотография вершины полевого катода из монокристалла вольфрама с покрытием оксида циркония

Сравнительные характеристики катодов различных типов приведены в таблице П.3.1. Видно, что характеристики полевых катодов существенно превосходят характеристики термоэмиссионных. При этом следует учитывать, что для работы полевых катодов необходим гораздо более высокий уровень вакуума в колонне. Если для работы термоэмиссионных катодов достаточно вакуума порядка  $10^{-3}$  Па (для вольфрамовых катодов) или  $10^{-5}$  Па (для катодов из гексаборида лантана), то полевые катоды требуют вакуума не менее  $10^{-8}$ - $10^{-9}$  Па. Это существенно удорожает конструкцию электронного микроскопа с полевым катодом и делает невозможным процесс самостоятельной замены катодного узла.

Таблица П.3.1 – Сравнение основных характеристик разных типов катодов

Тип катода	Электронная яркость $A/(cm^2 \cdot cр)$	Время работы до замены, часов	Размер источника в точке кроссовера, мкм	Разброс электронов по энергиям, эВ	Стабильность тока пучка, % / час
Вольфрамовый термо-эмиссионный	$\approx 10^5$	40-100	30-100	1-3	1
Термо-эмиссионный из гексаборида лантана	$\approx 10^6$	200-1000	5-50	1-2	1
Катод на полевой эмиссии	$\approx 10^8$	более 1000	0,015-0,030	0,3-1	$\approx 1$

## Приложение 4 – Галерея изображений, полученных методом сканирующей электронной микроскопии

Ниже представлены микрофотографии, полученные при выполнении исследований различных материалов с применением методики сканирующей электронной микроскопии.

### 1. Порошковые материалы

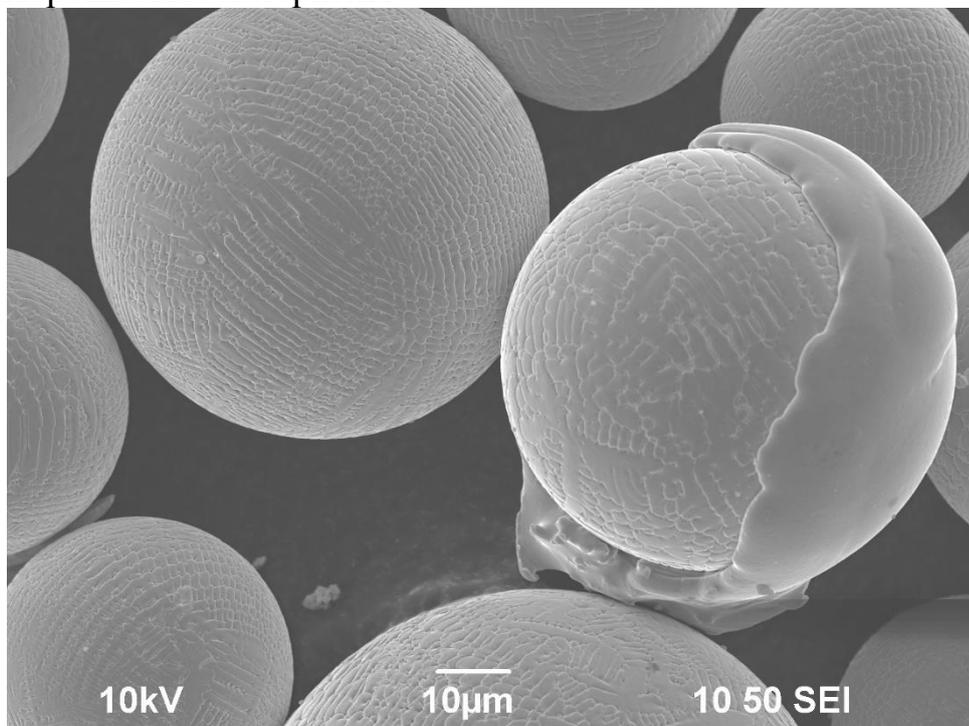


Рисунок 1 – Частицы металлического порошка, используемого в качестве исходного материала при 3D-печати. Наличие рельефа на поверхности частиц обусловлено их дендритным строением

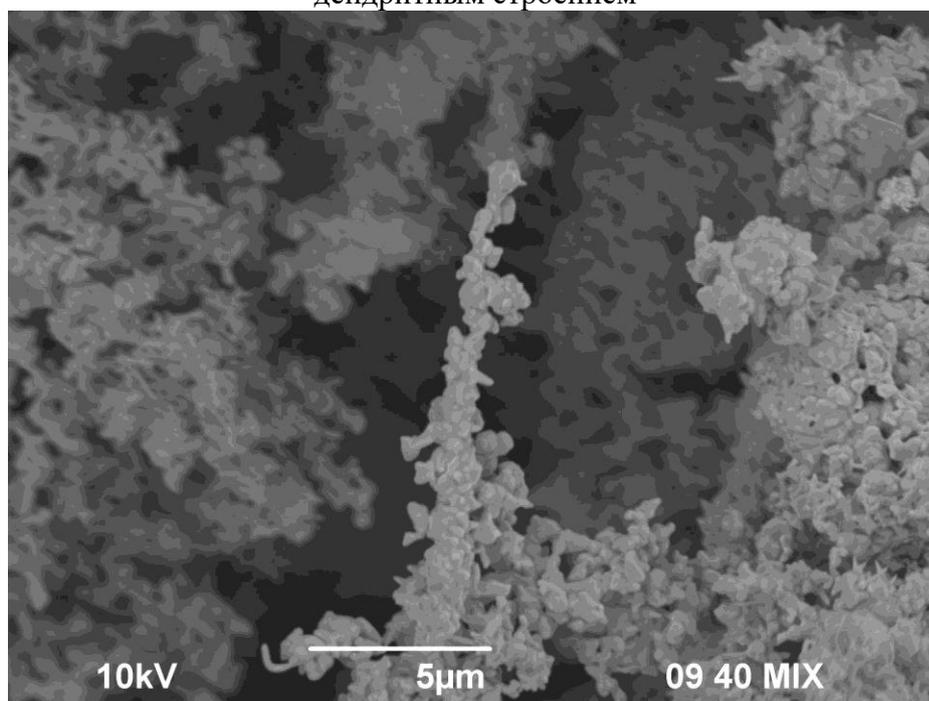
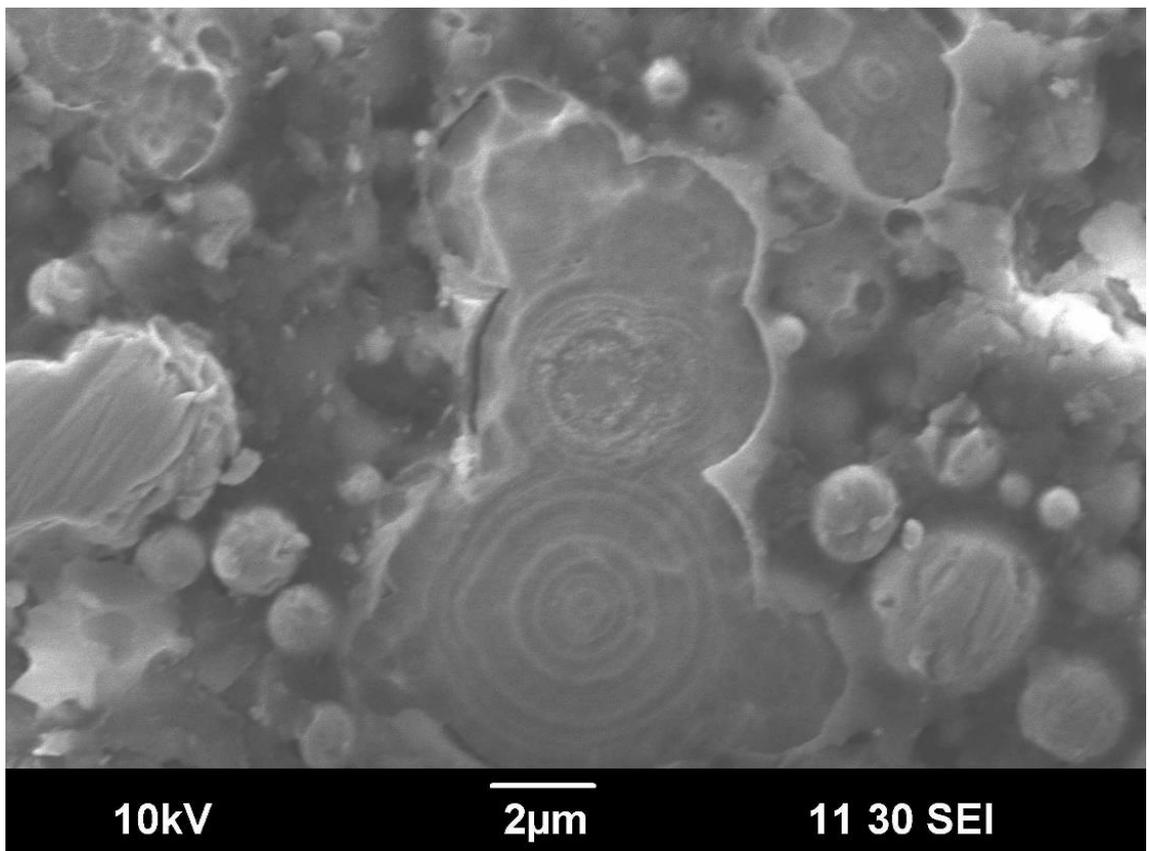
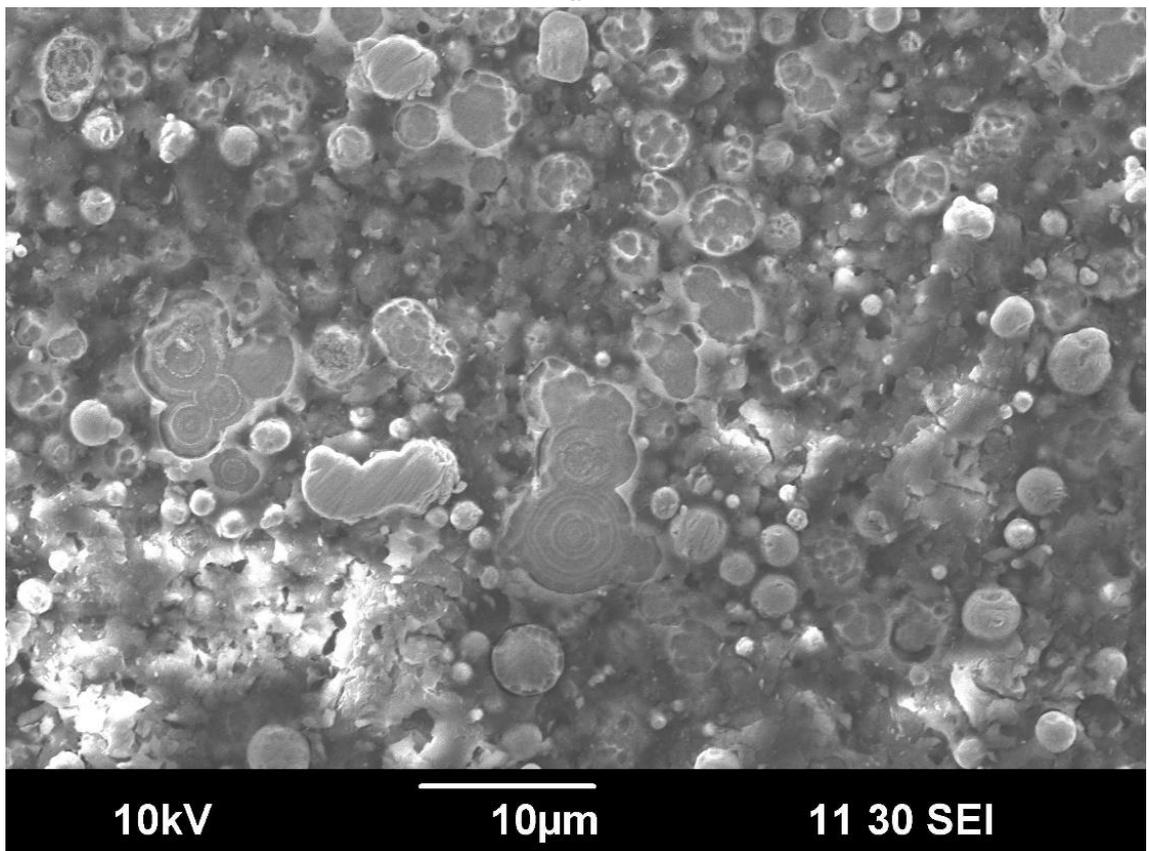


Рисунок 2 – Конгломерат, состоящий из частиц порошка вольфрамового псевдосплава. Форма конгломерата (выянутая) отличается от формы составляющих его частиц (равноосной)



a



б

Рисунок 3 – Поперечное сечение частиц порошка высокочистого железа. Некоторые частицы имеют луковичное строение. Общий вид (б) и увеличенное изображение (а)

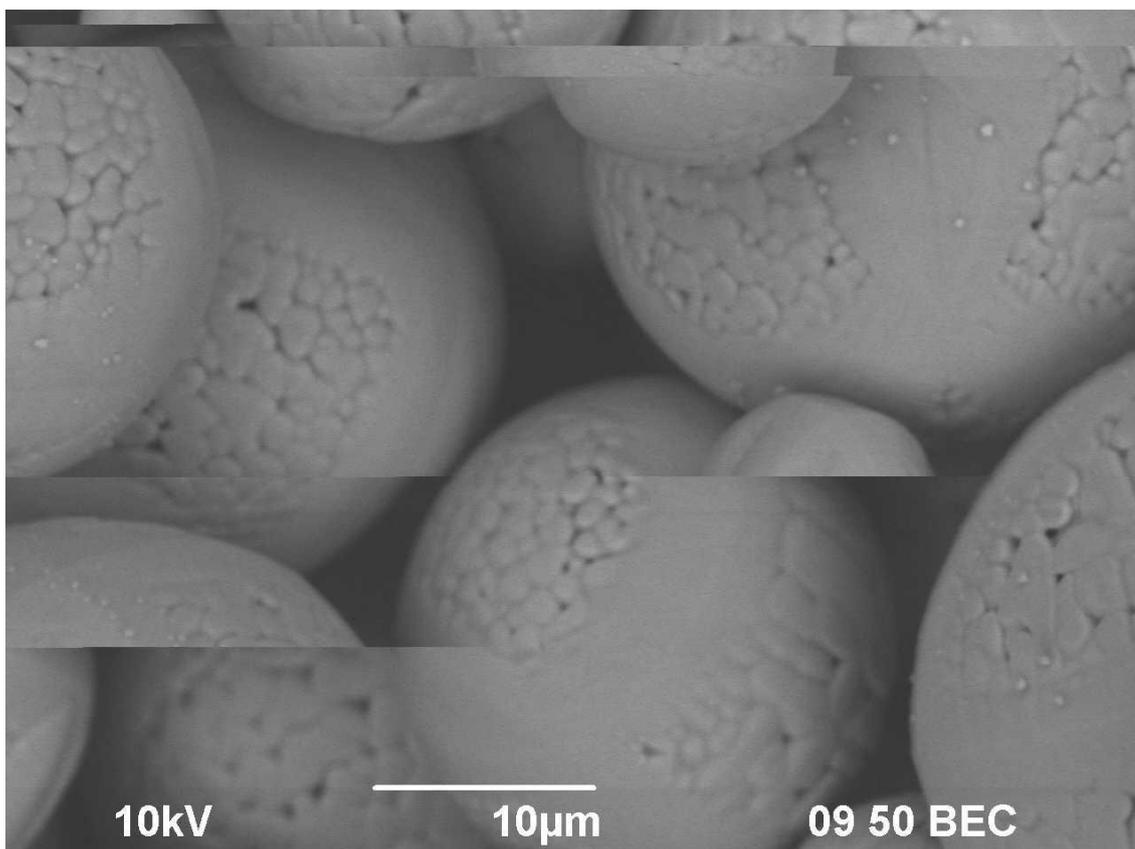


Рисунок 4 – Частицы порошка оксида алюминия после их сфероидизации. Зарядка частиц порошка под электронным пучком привела к небольшому изменению их относительных положений

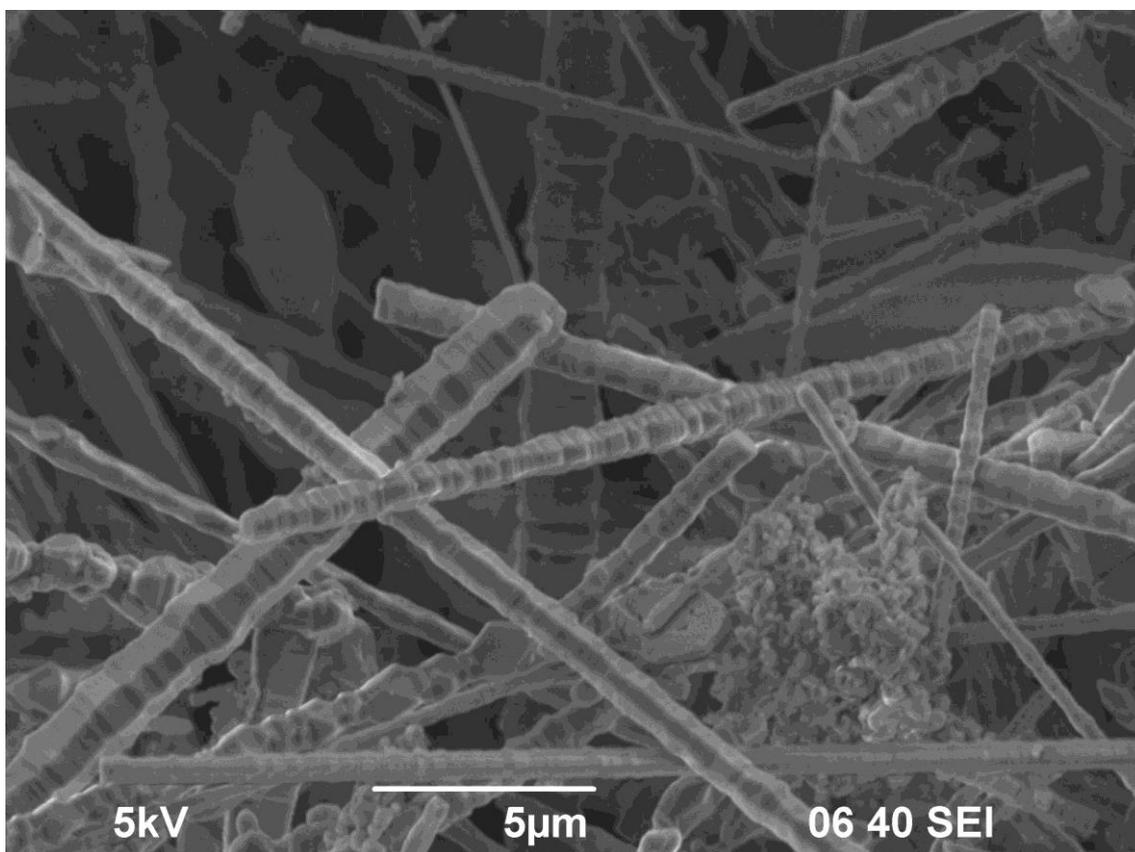


Рисунок 5 – Частицы порошка карбида кремния, имеющие форму волокон

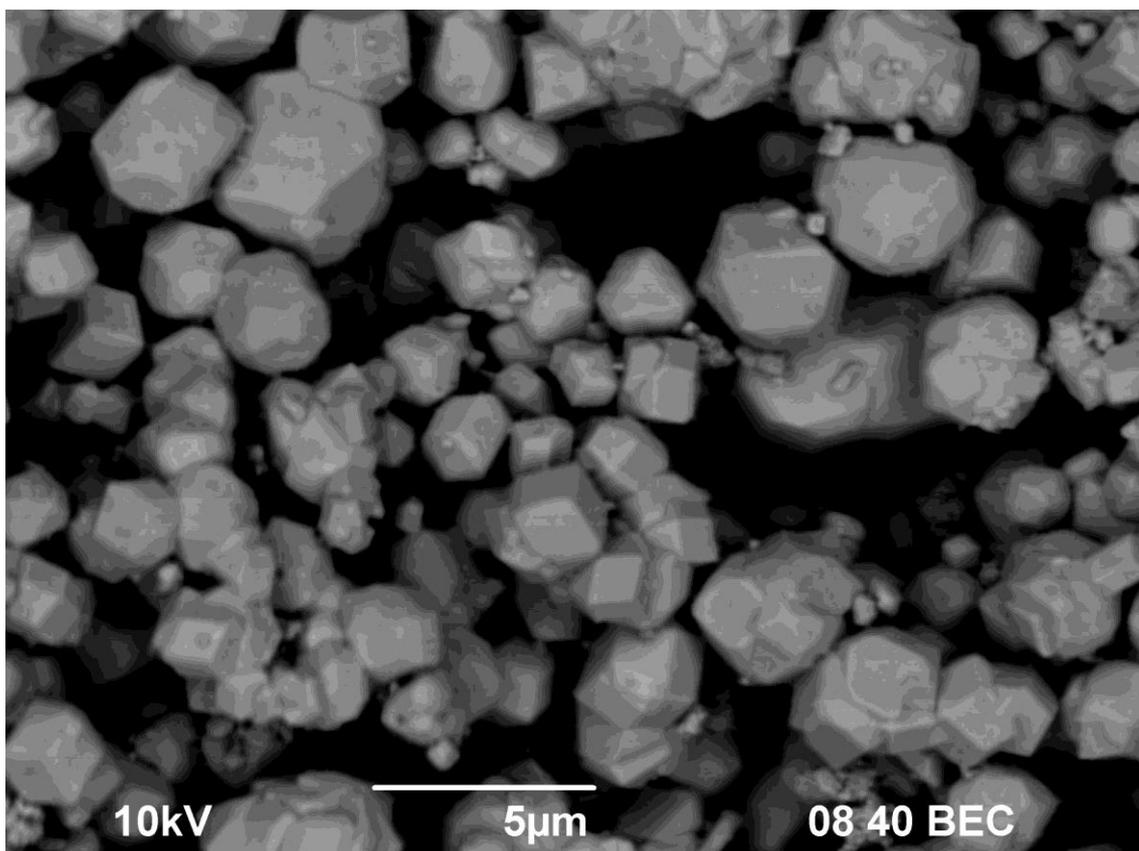


Рисунок 6 – Частицы порошка вольфрамового сплава, имеющие форму, близкую к полиэдрической

## 2. Изображения поверхностей изломов

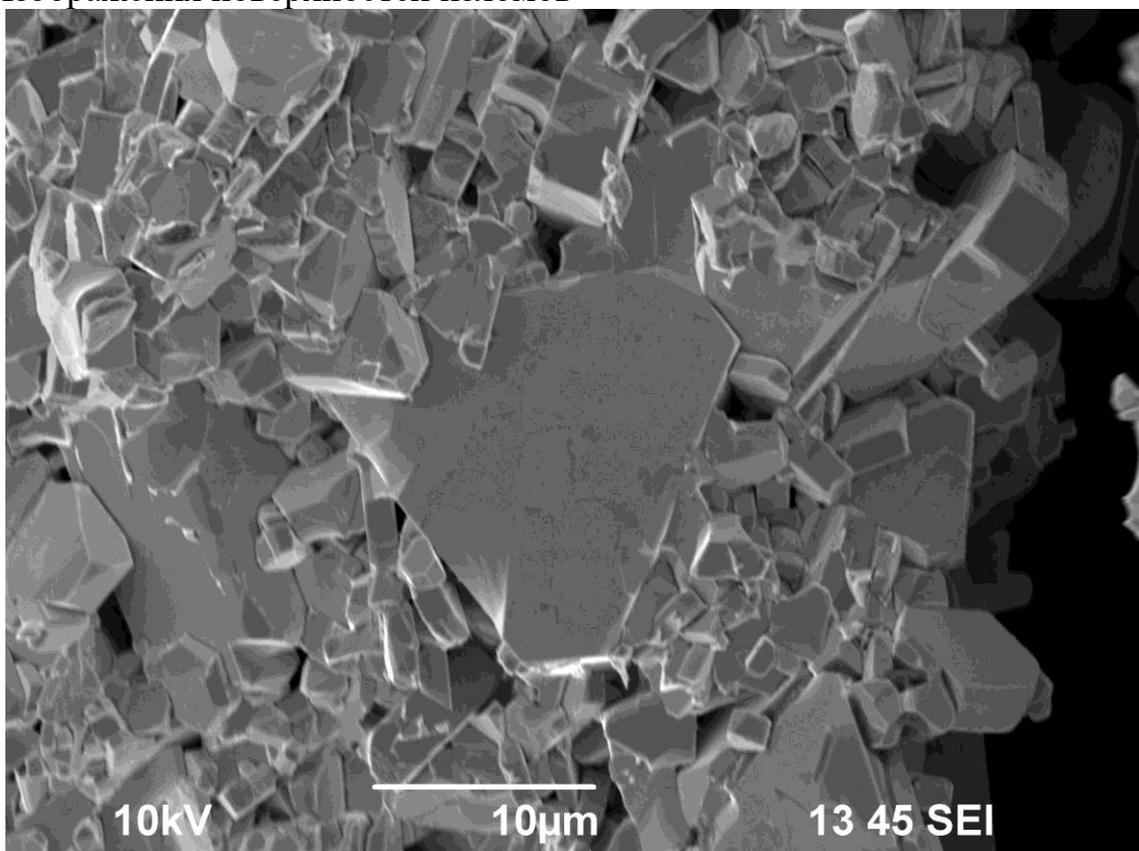


Рисунок 7 – Поверхность излома спеченного порошка чистого карбида вольфрама. Наблюдаются anomalно крупные призматические зерна и значительная пористость

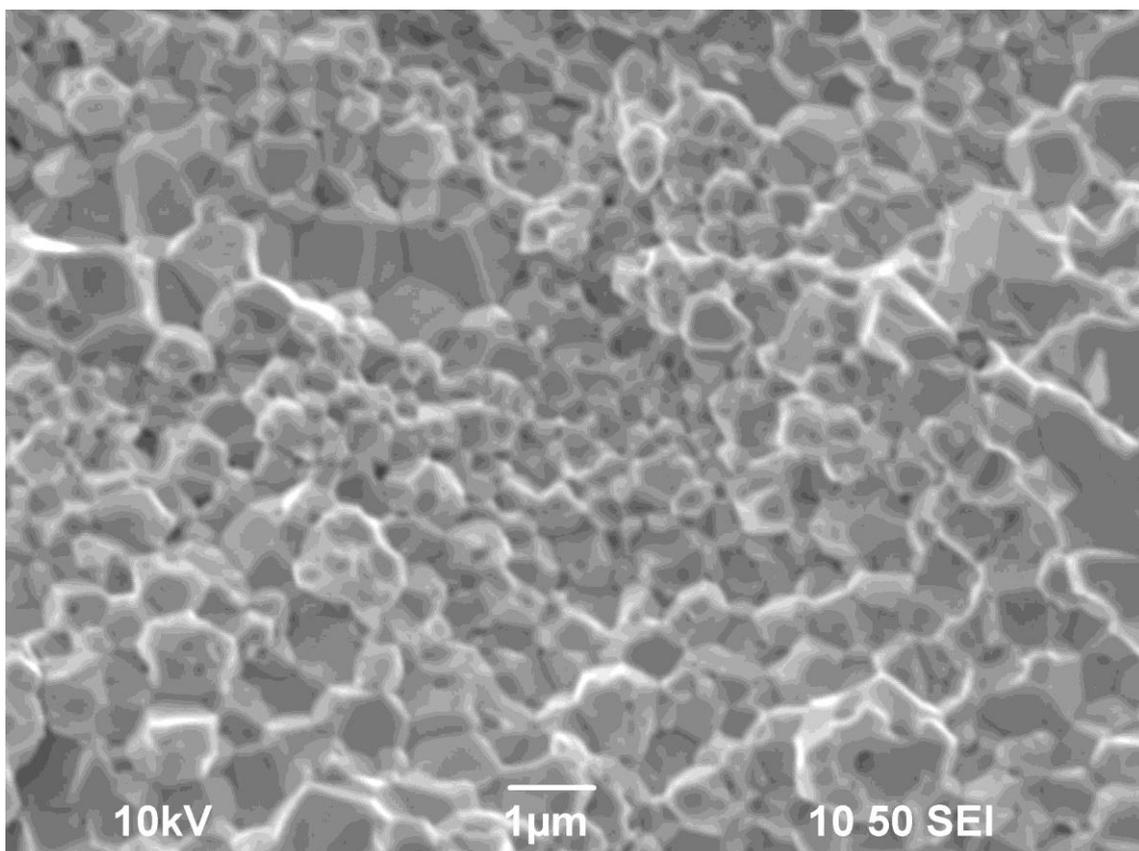


Рисунок 8 – Поверхность излома мелкозернистого вольфрамового псевдосплава

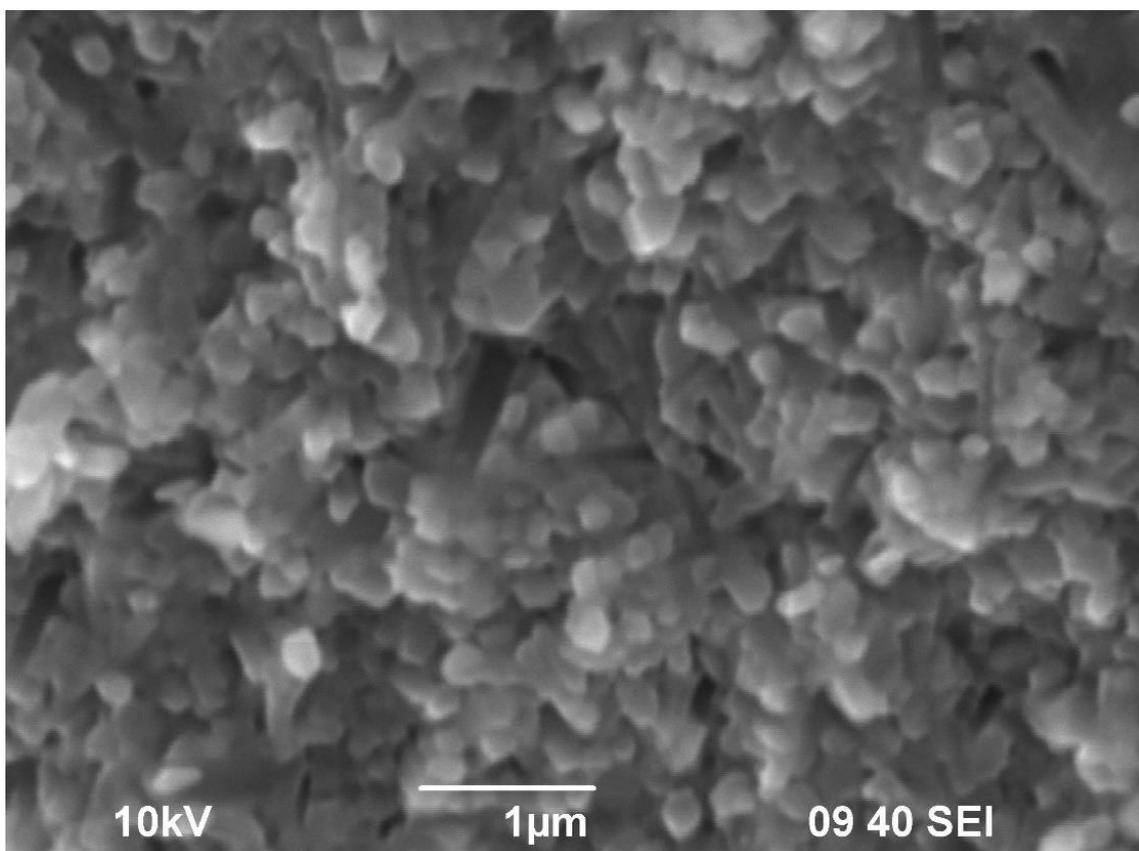


Рисунок 9 – Поверхность излома мелкозернистой керамики н основе нитрида кремния

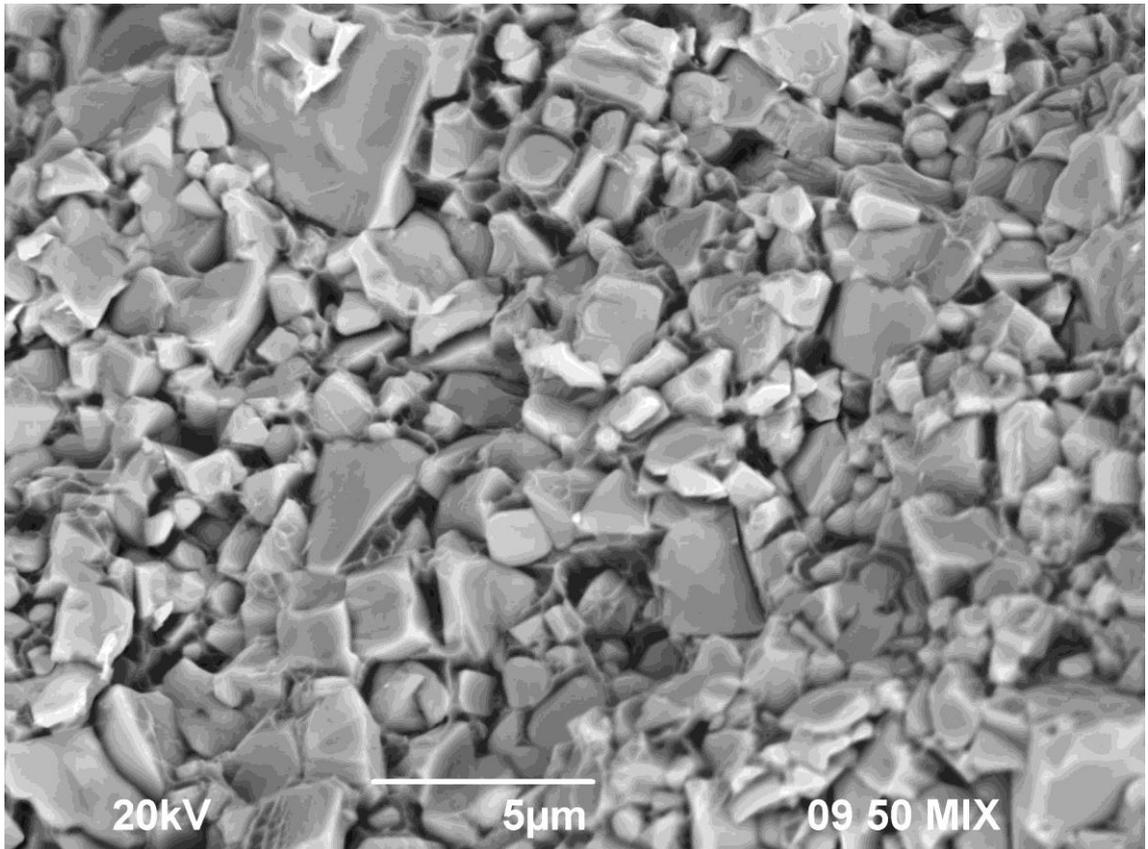


Рисунок 10 – Поверхность излома твердого сплава системы WC-Co

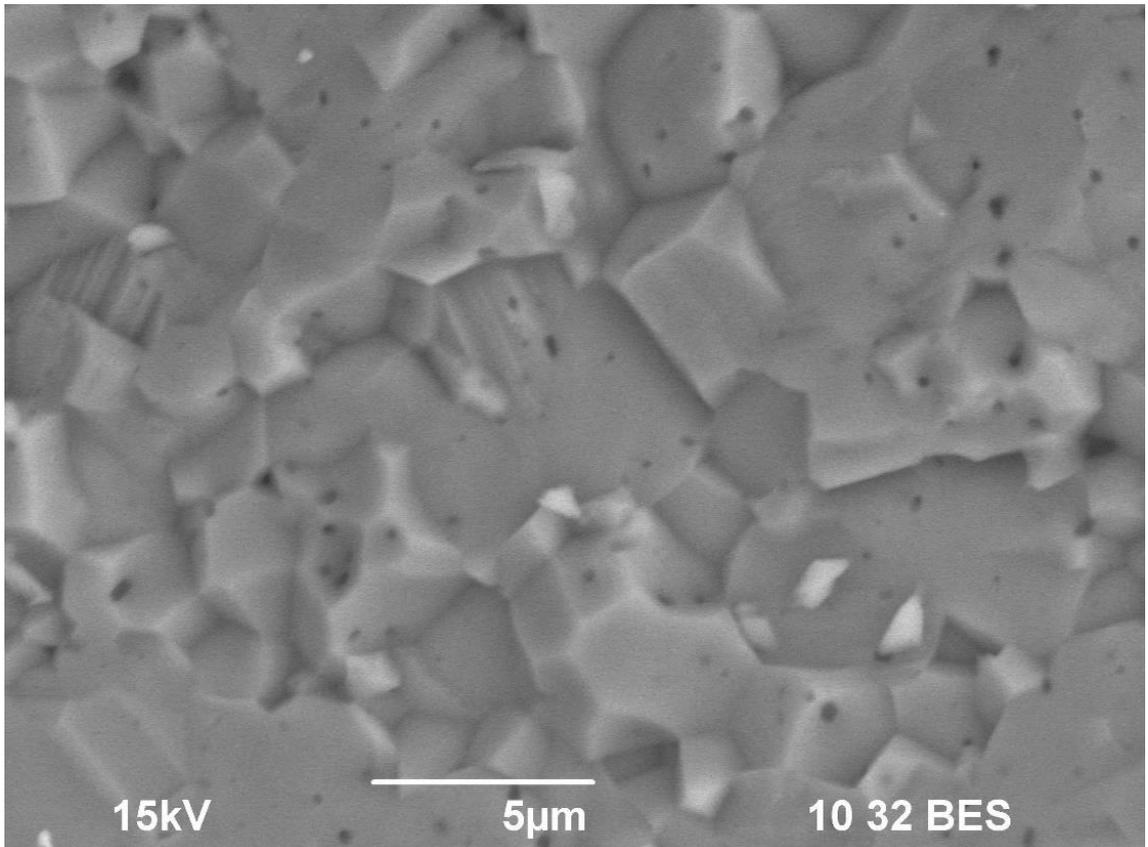


Рисунок 11 – Поверхность излома керамики на основе оксида алюминия (пример 1)

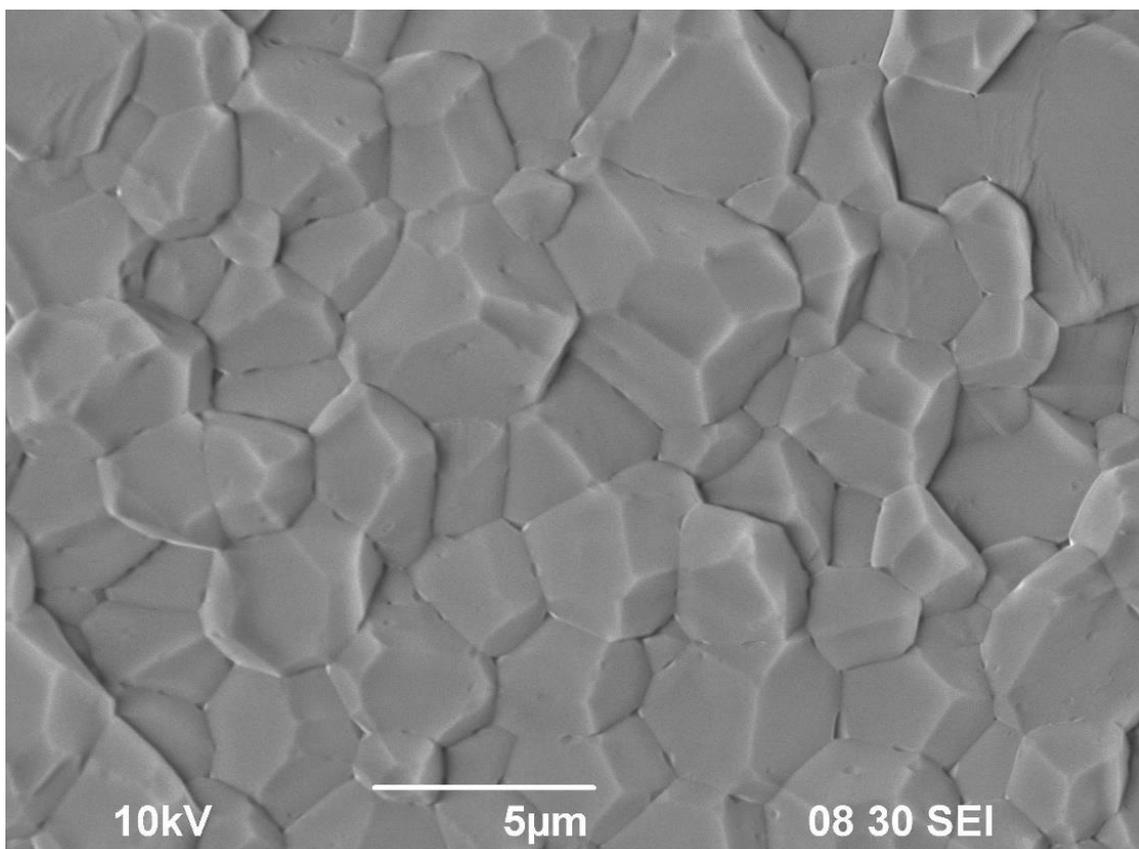
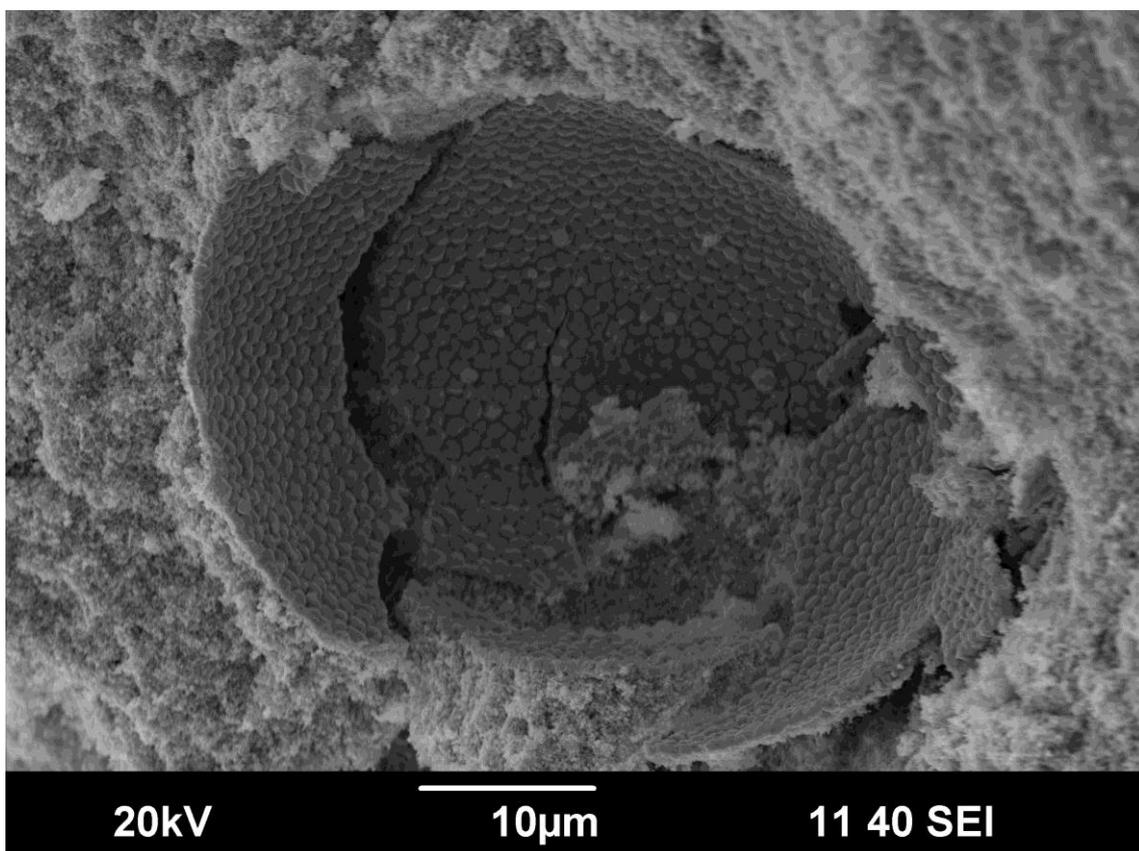
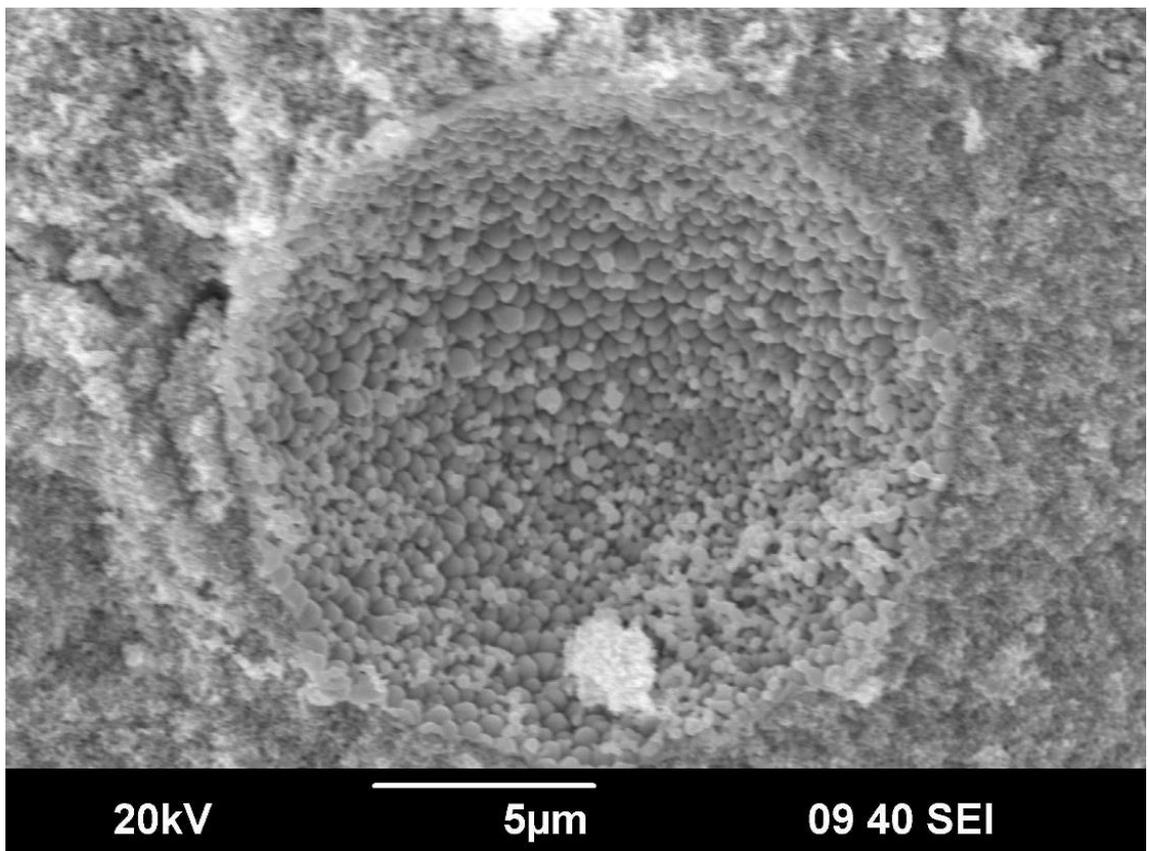


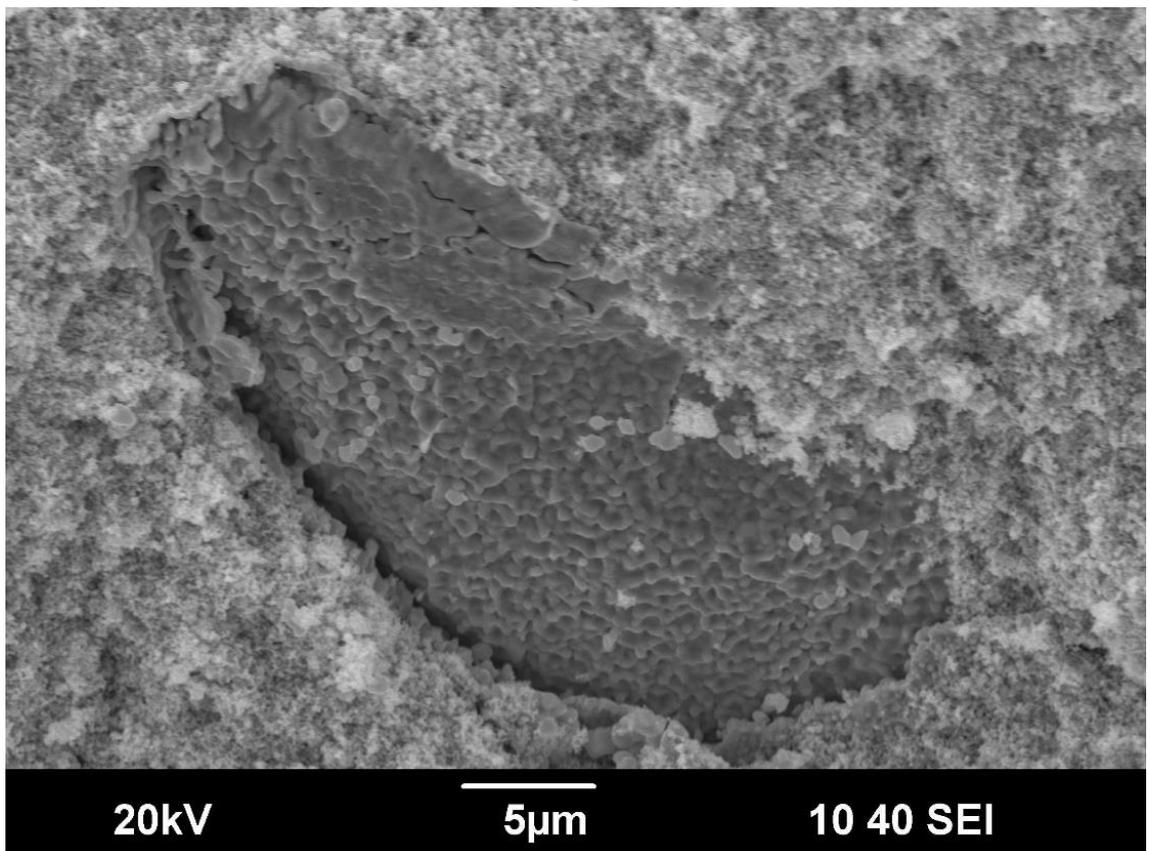
Рисунок 12 – Поверхность излома керамики на основе оксида алюминия (пример 2)



a



а



б

Рисунок 13 (а)-(б) – Микродефекты в спеченных образцах чистого карбида вольфрама

### 3. Изображения шлифов металлических материалов

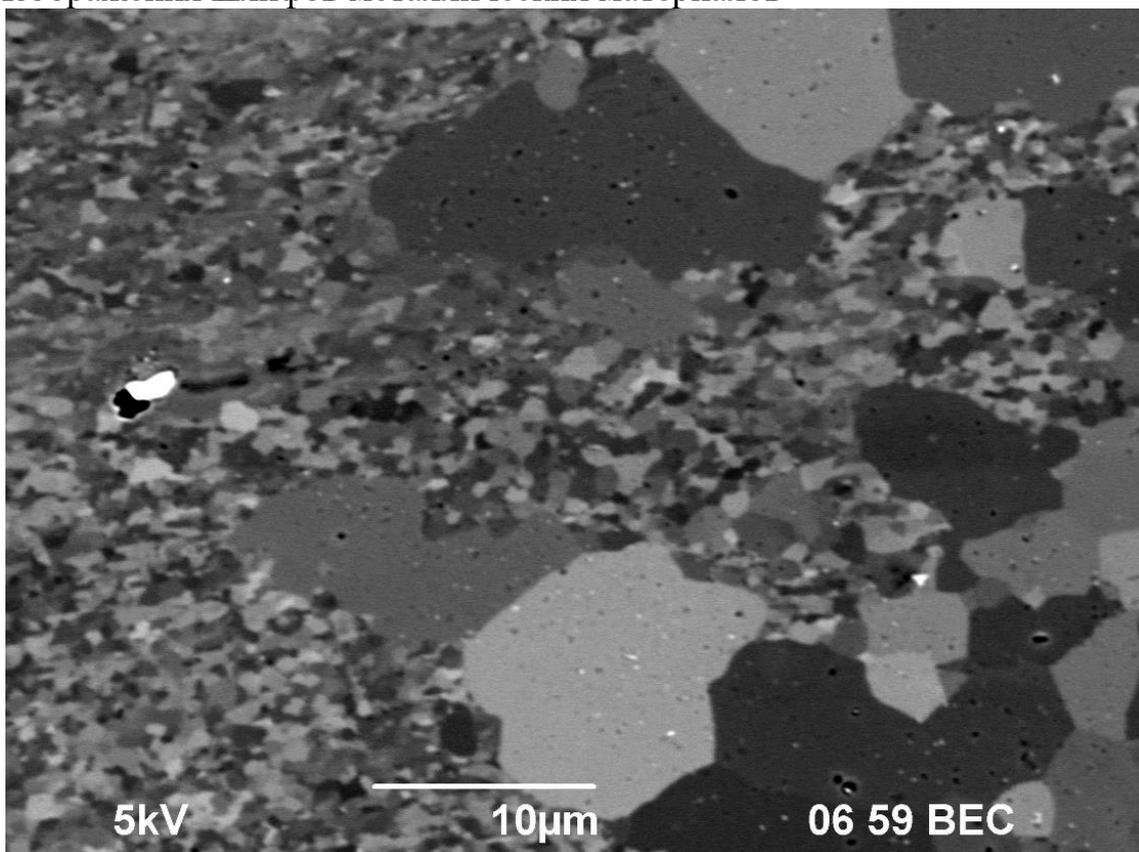


Рисунок 14 – Зеренная структура алюминиевого сплава марки АМг-6. Видны anomalно крупные зерна на фоне мелкозернистой матрицы

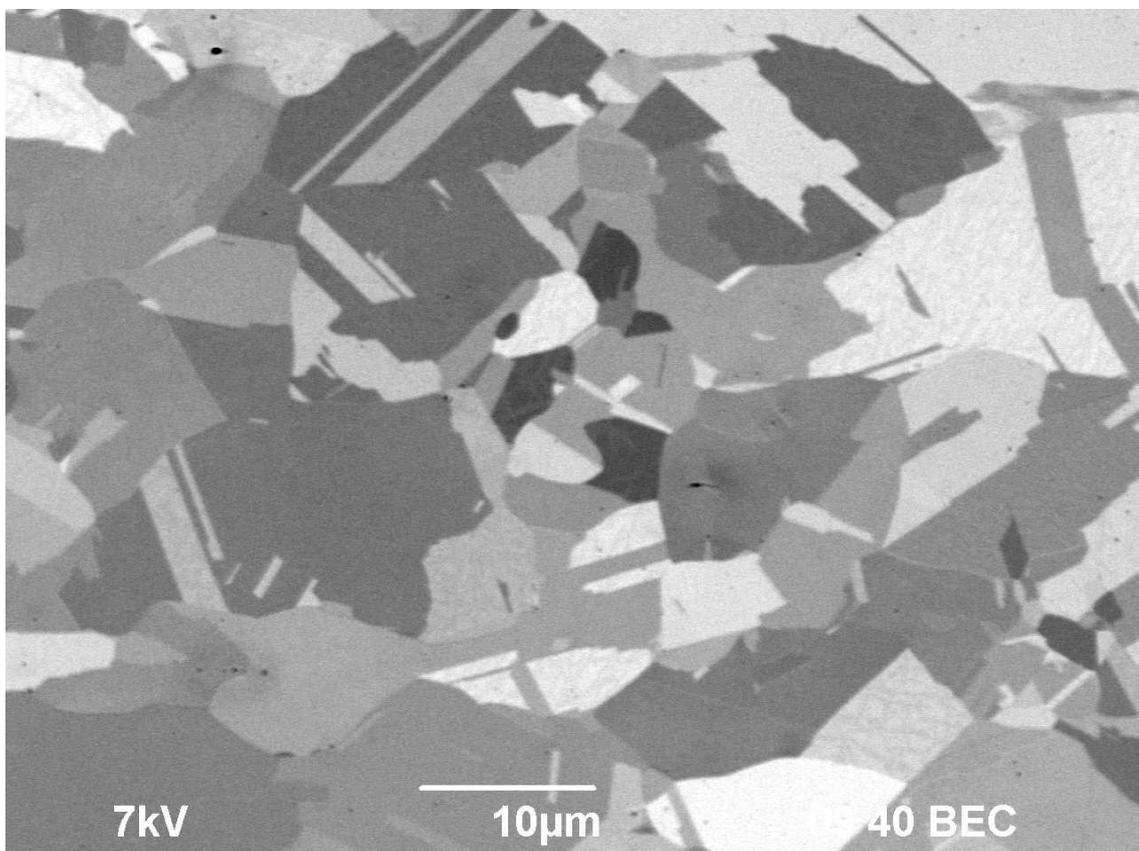
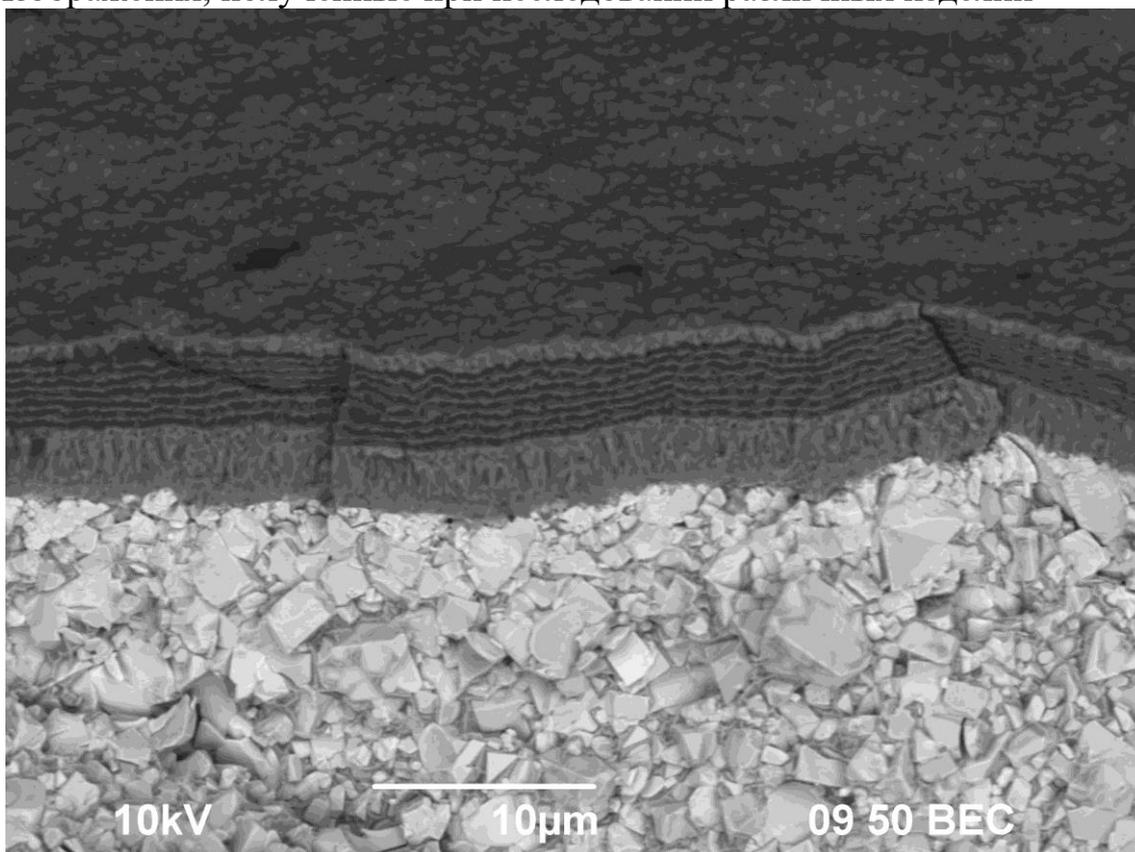
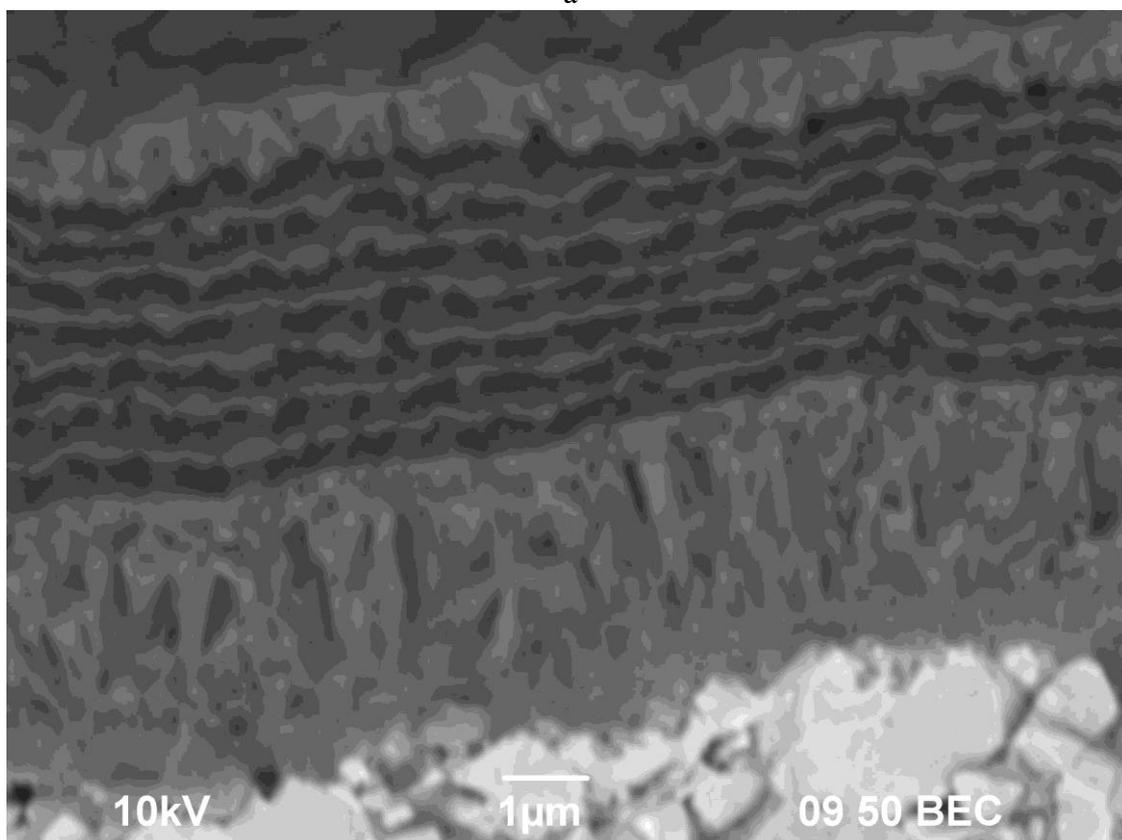


Рисунок 15 – Зеренная структура рекристаллизованной меди. Видны двойники зерен

#### 4. Изображения, полученные при исследовании различных изделий

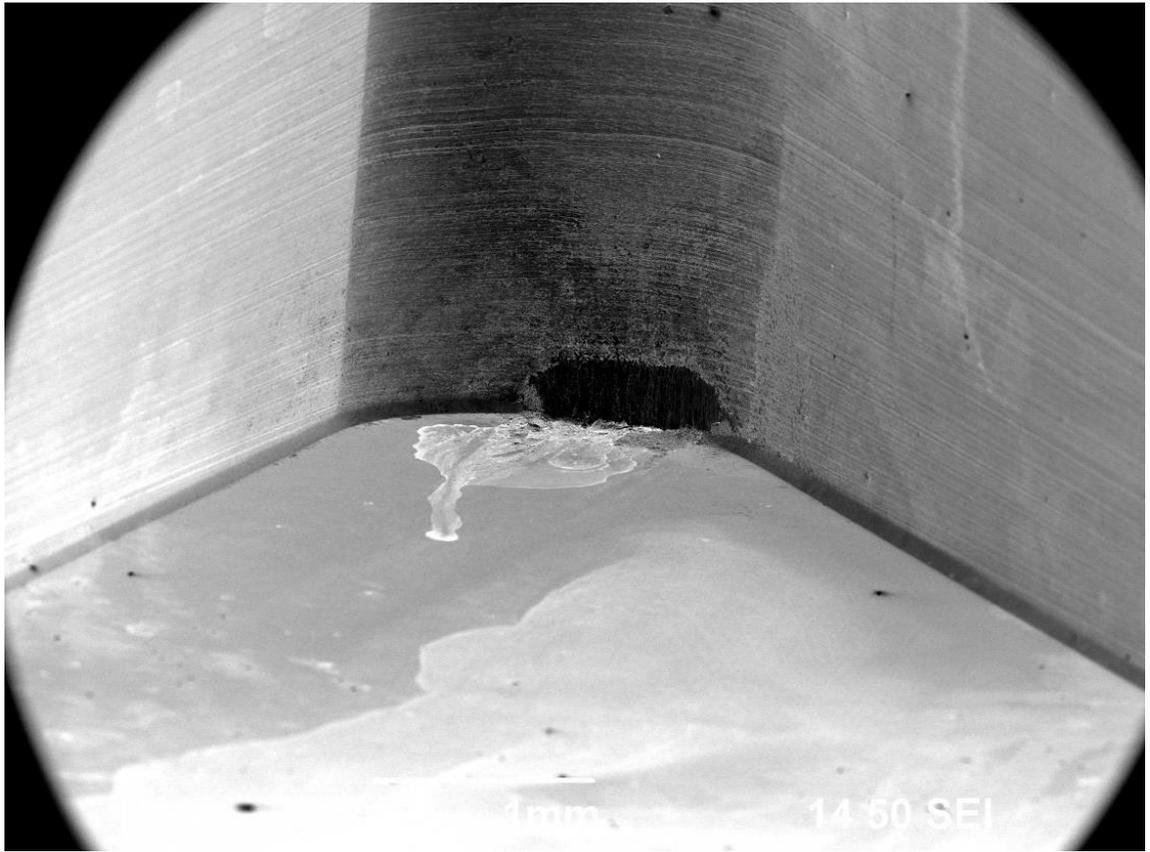


а

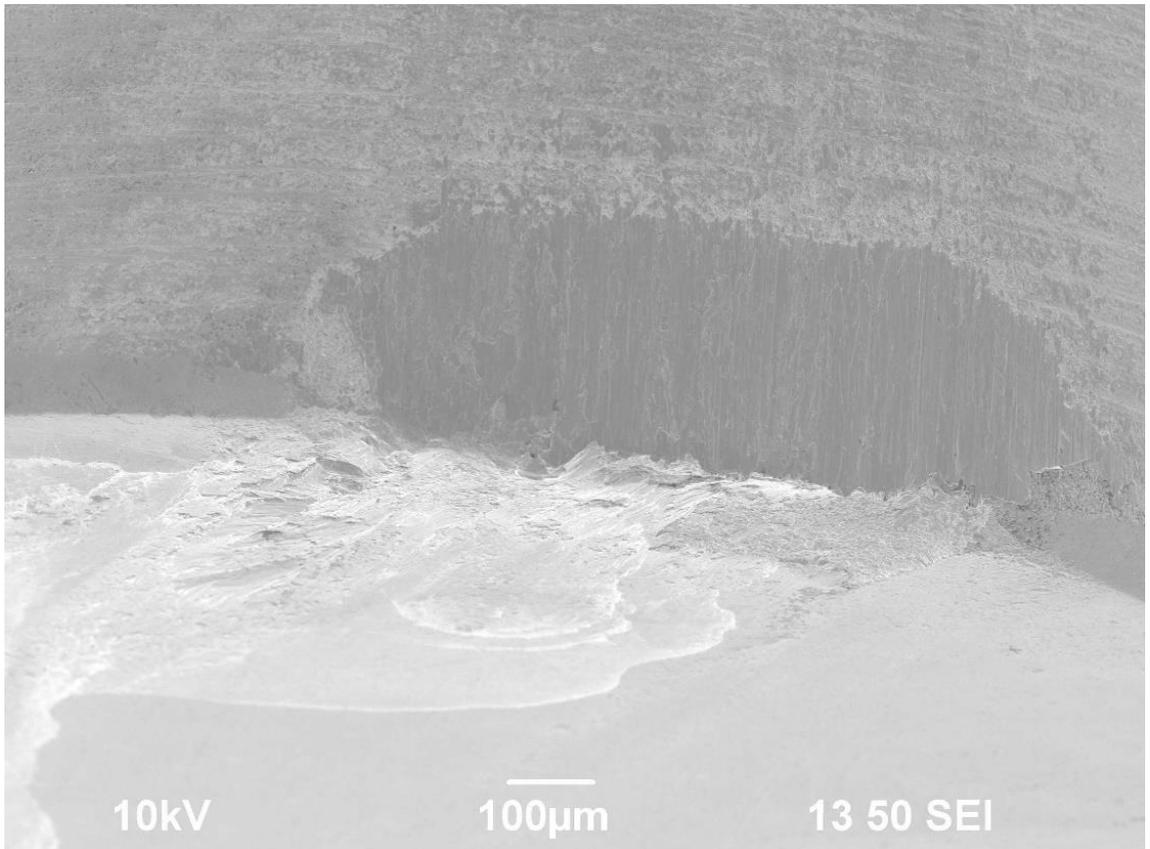


б

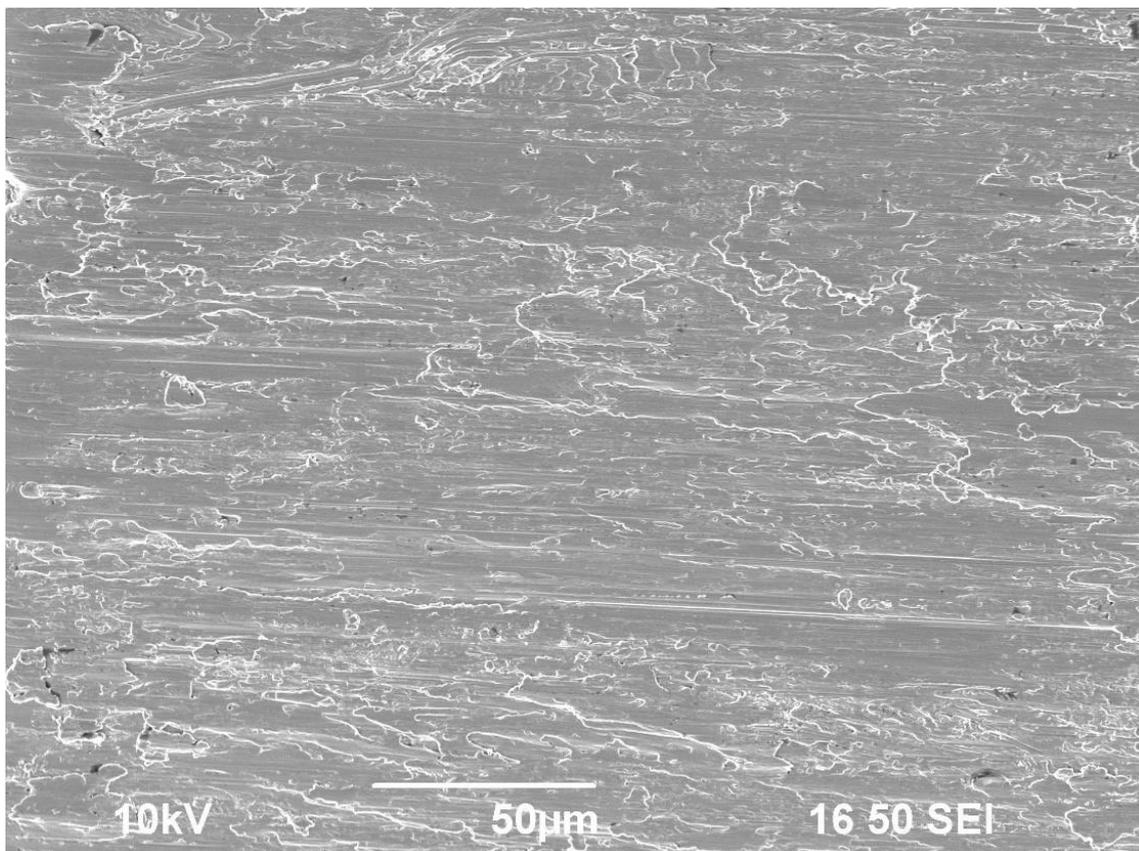
Рисунок 16 – Изображения многослойного покрытия, нанесенного на твердосплавную режущую пластину. Общий вид (а) и увеличенное изображение (б). Можно различить до 18-ти (!) слоев покрытия



a

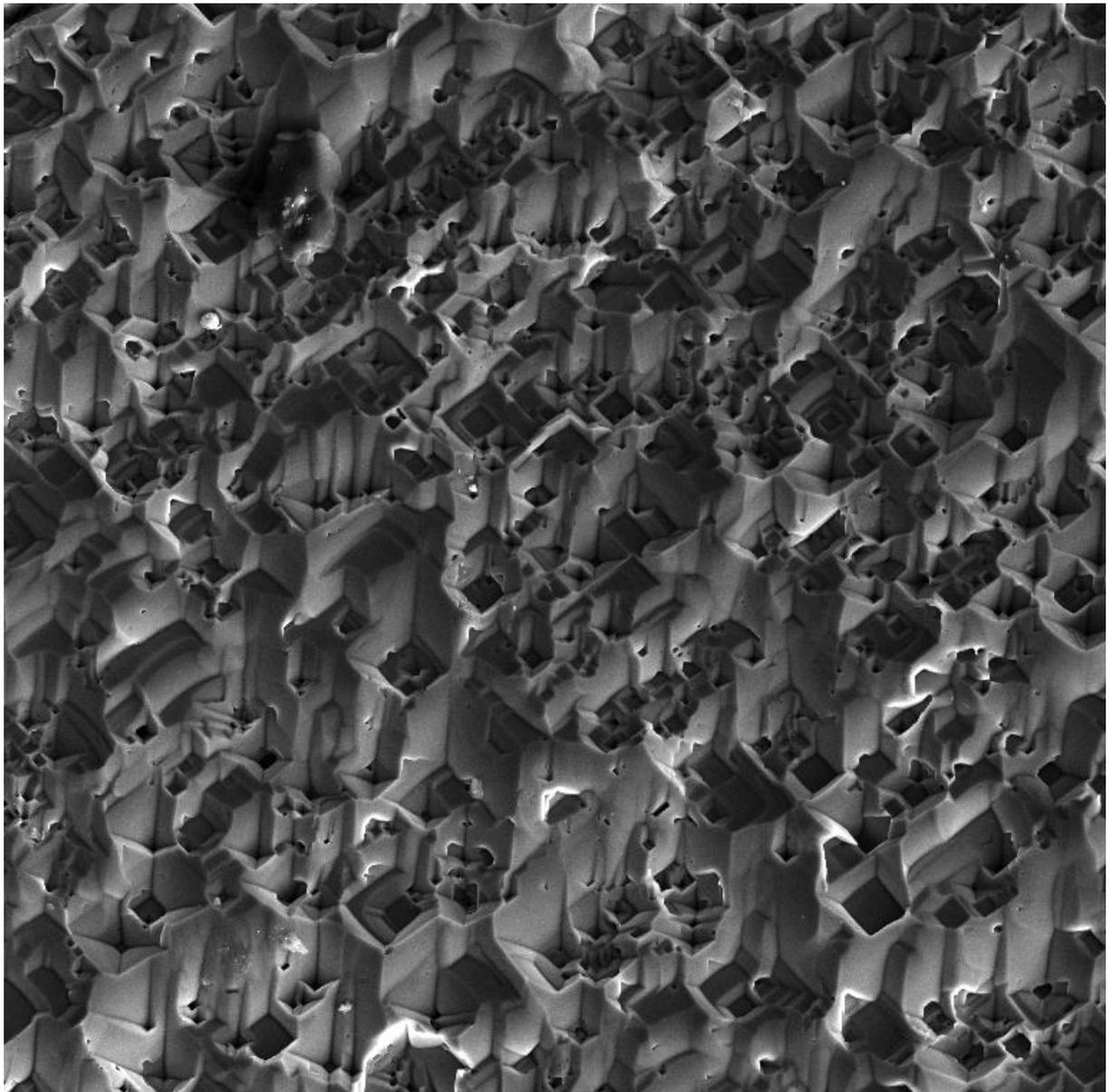


6



В

Рисунок 17 – Изображения режущей кромки твердосплавной режущей пластины после испытаний



SEM HV: 20.00 kV  
SEM MAG: 1.00 kx  
SEM MAG: 1.00 kx

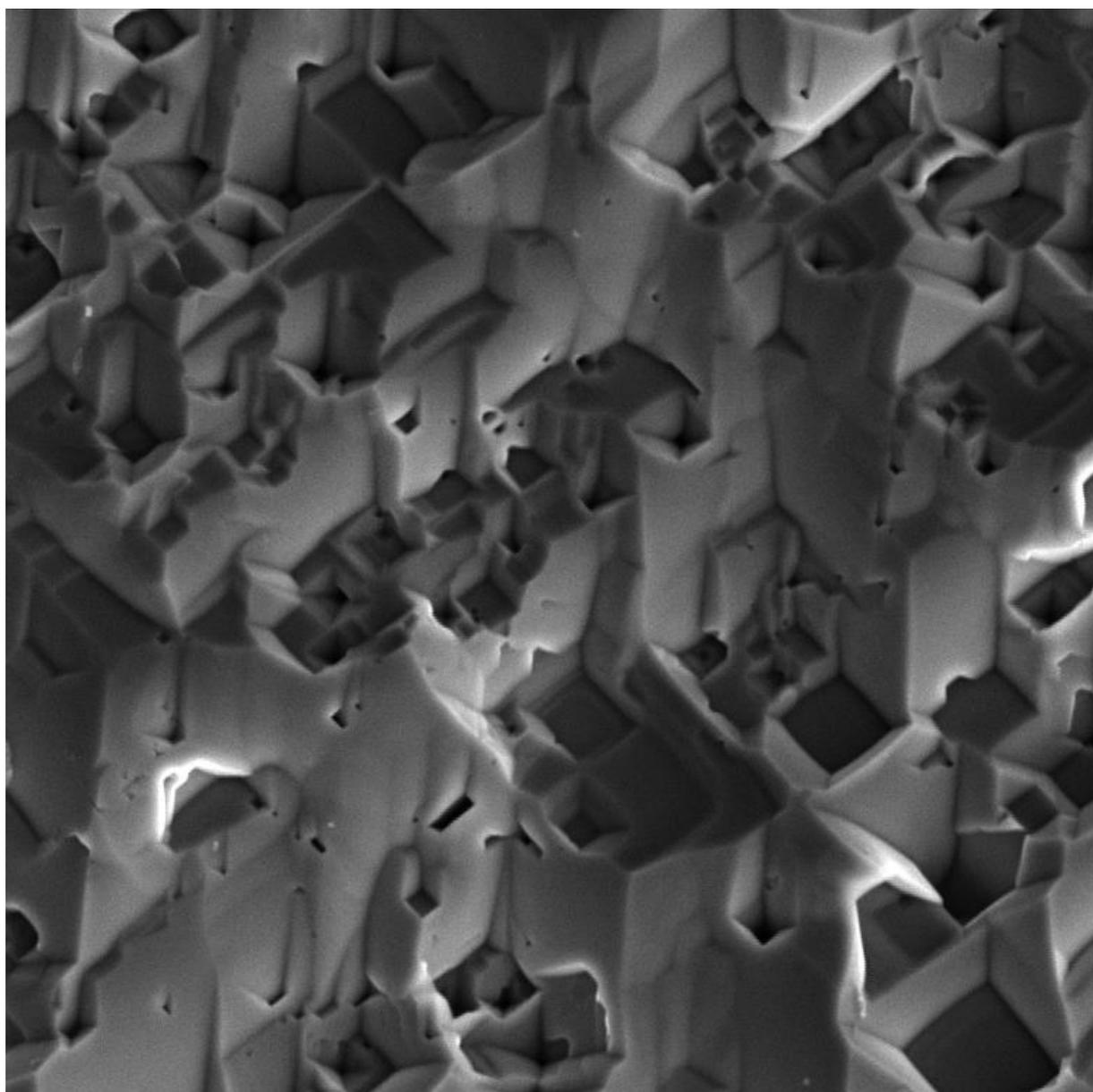
WD: 17.88 mm  
Det: SE Detector  
Date(m/d/y): 04/18/19

50 µm

VEGA\\ TESCAN

Digital Microscopy Imaging 

a



SEM HV: 20.00 kV      WD: 17.83 mm      VEGA\\ TESCAN  
SEM MAG: 2.50 kx      Det: SE Detector      20  $\mu$ m  
SEM MAG: 2.50 kx      Date(m/d/y): 04/18/19      Digital Microscopy Imaging

б

Рисунок 18 – Поверхность катода для электронно-лучевой сварки, изготовленного из гексаборида лантана. Общий вид (а) и увеличенное изображение (б)

## 5. Прочие изображения



Рисунок 19 – Сильное искажение изображения вследствие искривления траектории электронов магнитным полем образца. Объект исследования – неодимовый магнит

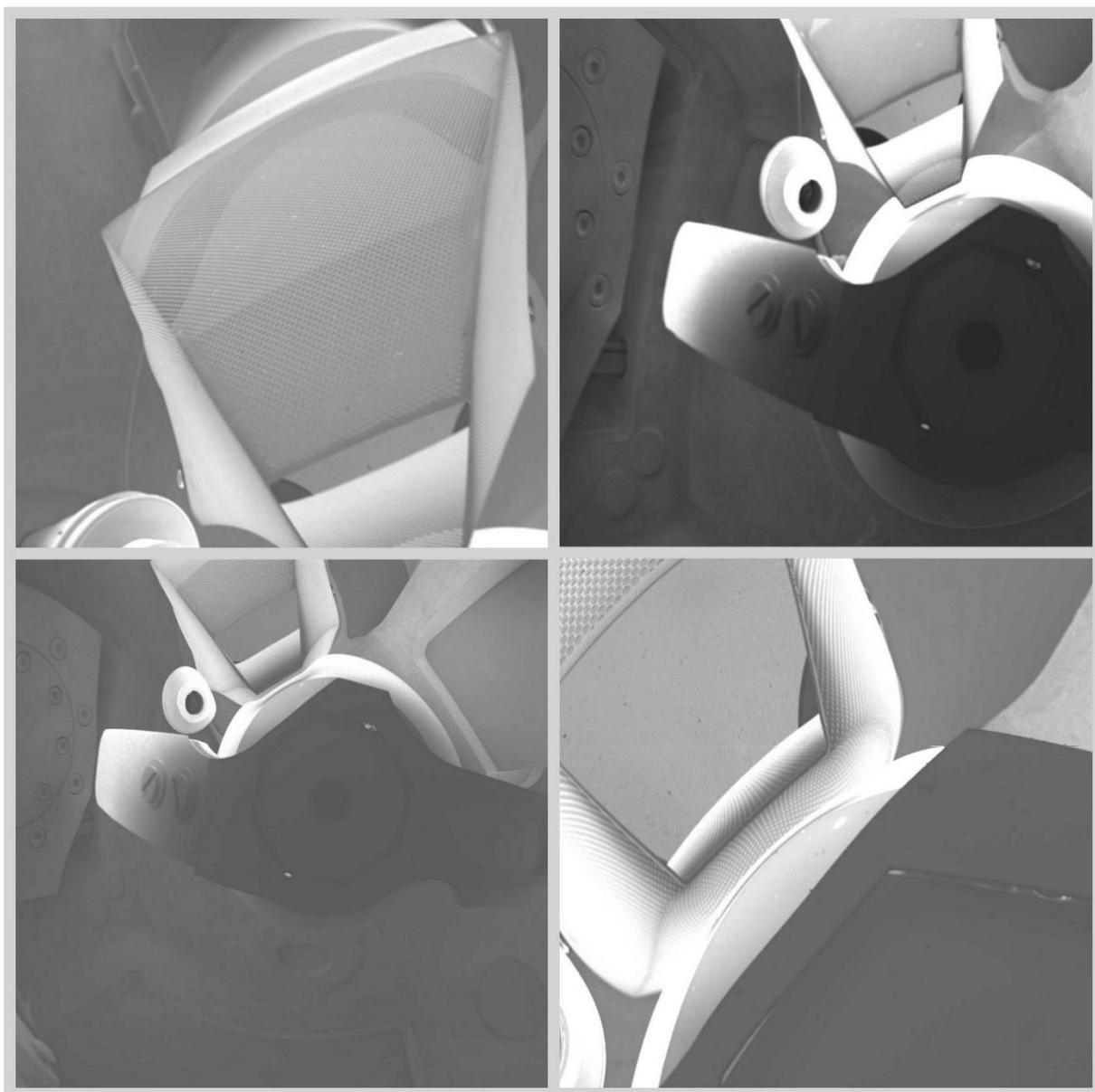


Рисунок 20 – Искаженное изображение внутреннего пространства рабочей камеры микроскопа при реализации эффекта «электронного зеркала». На изображениях видны части детекторов вторичных и отраженных электронов и детектора характеристического рентгеновского излучения. Эффект объясняется отражением электронов пучка от сильно заряженной поверхности образца

## Словарь терминов

**Аберрация сферическая** – расфокусировка пучка электронов. Сферическая аберрация вызвана тем, что при прохождении через электромагнитную линзу находящиеся на разном расстоянии от оптической оси системы части пучка с разной силой отклоняются от своей траектории.

**Аберрация хроматическая** – расфокусировка пучка электронов, вызванная небольшим разбросом по энергии  $\Delta E$  эмитируемых с катода электронов (для термоэмиссионного вольфрамового катода  $\Delta E \approx 1$  эВ).

**Анод** – электрод с более высоким потенциалом из пары «катод – анод». В электронной пушке служит для ускорения эмитированных электронов до требуемой кинетической энергии.

**Апертурная диафрагма** – пластина с круглым отверстием, расположенная внутри колонны электронного микроскопа. Служит для формирования узкого пучка первичных электронов.

**Астигматизм** – искажение формы пучка электронов, приводящее к появлению эллипсности пучка в поперечном сечении.

**Вторичные электроны** – электроны, оторванные от атомов образца первичными и отражёнными электронами и вышедшие обратно из облучаемой поверхности.

**Ионизация атома** – «отрыв» электрона от атома после передачи ему достаточной энергии  $E_i$ , называемой энергией ионизации. Энергия  $E_i$ , является по смыслу энергией связи электрона в атоме.

**Катод** – электрод с более низким потенциалом из пары «катод – анод». Часто потенциал катода принимают за нуль.

**Конденсорная линза** – система электромагнитов, создающих неоднородное магнитное поле. Служит для сужения (уменьшения поперечного сечения) пучка первичных электронов, выходящих из электронной пушки.

**Область взаимодействия** – приповерхностная область исследуемого образца, в которой пучок первичных электронов взаимодействует с образцом и создаёт потоки вторичных и отраженных электронов, выходящих обратно из поверхности образца.

**Объективная линза** – система электромагнитов, создающих неоднородное магнитное поле. Служит для формирования сходящегося пучка первичных электронов, направляемых на поверхность исследуемого образца.

**Отраженные электроны** – электроны, выходящие обратно из облучаемой поверхности после однократного или многократных рассеяний внутри образца.

**Первичные электроны** – электроны, ускоренные электронной пушкой и направленные внутрь исследуемого образца через облучаемую поверхность.

**Плазмон** – квазичастица с определенными импульсом и энергией, характеризующая колебания ансамбля электронов проводимости в металле.

**Рассеяние электрона** – процесс изменения траектории электрона после столкновения с каким-либо объектом (атомом, молекулой, свободным электроном и т.д.). При рассеянии электрона всегда происходит обмен импульсами взаимодействующих частиц. В случаях сохранения суммарной кинетической энергии системы частиц рассеяние называется упругим. Если часть кинетической энергии переходит во внутреннюю, то рассеяние называется неупругим.

**Рентгеновская флуоресценция** – заполнение вакансии во внутренней электронной оболочке атома электроном из более высокоэнергетичной оболочки с испусканием фотона. Альтернативой является эмиссии электрона Оже.

**Стигматор** – устройство для коррекции круговой формы сечения электронного пучка. Состоит из системы электромагнитов, создающих неоднородное магнитное поле специальной формы.

**Термокатод** – часть электронной пушки, на поверхности которого происходит эмиссия свободных электронов в колонну электронного микроскопа.

**Ток зонда** – ток  $i_p$ , характеризующий поток электронов, которые проходят все линзы и падают на образец. Значения тока зонда, тока пучка и тока эмиссии связаны соотношением  $i_e > i_b > i_p$ .

**Ток накала** – ток  $i_f$ , пропускаемый через нить накала термоэмиссионного катода для формирования потока первичных электронов.

**Ток пучка** – ток  $i_b$ , характеризующий поток электронов после прохождения через отверстие анода. Значения тока зонда, тока пучка и тока эмиссии связаны соотношением  $i_e > i_b > i_p$ .

**Ток эмиссии** – ток  $i_e$ , эмитируемый катодом. Для термоэмиссионных катодов значение  $i_e$  составляет порядка 100 мкА. Значения тока зонда, тока пучка и тока эмиссии связаны соотношением  $i_e > i_b > i_p$ .

**Тормозное рентгеновское излучение** – электромагнитное излучение рентгеновского диапазона длин волн, возникающее при кулоновском взаимодействии быстрых электронов с ядрами атомов.

**Угол расходимости** – телесный угол, внутри которого заключен электронный пучок.

**Ускоряющее напряжение** – разность потенциалов между анодом и катодом. Используется для ускорения электронов в колонне электронного микроскопа до требуемой кинетической энергии.

**Фонон** – квазичастица с определенными импульсом и энергией, характеризующая нормальное колебание в многочастичной механической системе (например, в периодической структуре кристалла).

**Фотон** – квант электромагнитного излучения, энергия которого  $\varepsilon$  прямо пропорциональна частоте излучения  $\omega$  :  $\varepsilon = \hbar\omega$ , где  $\hbar$  – постоянная Планка.

**Характеристическое рентгеновское излучение** – излучение дискретного спектра, возникающее вследствие образования вакансий во внутренних электронных оболочках атома и последующей рентгеновской флуоресценции.

**Цилиндр Венельта** – электрод цилиндрической (или близкой к цилиндрической) формы, располагающийся вблизи катода и служащий для предварительной фокусировки потока эмитируемых с катода электронов.

**Цилиндр Фарадея** – устройство, служащее для сбора электронов и измерения их суммарного заряда. В электронном микроскопе служит для измерения тока пучка.

**Электронная яркость** – физическая величина, характеризующая электронно-оптическую систему и зависящая от угла расходимости  $\alpha_p$ , диаметра  $d_p$  и тока  $i_p$  электронного пучка. Величина электронной яркости является постоянной (так, при изменении, например, угла расходимости, диаметр и ток пучка изменяются так, что величина  $\beta$  остается неизменной).

$$\beta = \frac{4i_p}{\pi^2 d_p^2 \alpha_p^2}$$

**Электронный зонд** – часть электронного микроскопа, содержащая электронную пушку и систему формирования узкого пучка первичных электронов, который направляется на поверхность исследуемого образца.

**Электроны Оже** – электроны, эмитированные атомом в безызлучательном процессе при заполнении вакансии во внутренней электронной оболочке этого атома. Эмиссия происходит в основном, с одной из внешних оболочек. Процесс является конкурирующим по отношению к рентгеновской флуоресценции.

**АЕМ** – аналитическая электронная микроскопия в просвечивающей электронной микроскопии.

**E-beam fabrication** – технологии изготовления изделий с использованием электронных пучков (главным образом, электронная литография).

**E-spectroscopy** – методика спектроскопии электронов (например, Оже-спектроскопия – **AES**).

**EBSP (EBSD)** – методика анализа картин дифракции отраженных электронов.

**EELS** – методика спектроскопии характеристических потерь энергии электронов.

**EPMA** – методика электронно-зондового микроанализа с применением дифракционных (**WDS**) и энергодисперсионных (**EDS**) спектрометров.

**ESEM** – методика низковакуумной сканирующей электронной микроскопии.

**OIM** – методика ориентационной микроскопии, основанной на анализе картин дифракции электронов (EBSP).

**SEM** – методика сканирующей электронной микроскопии.

**STEM** – сканирующий режим в методике просвечивающей электронной микроскопии.

**X-Ray** – рентгеновское излучение.

## Список литературы

- [1] В.Н. Чувильдеев. О материаловедении и его связи с другими науками о твердом теле. Методологические фрагменты. Нижний Новгород: Издательство ННГУ, 2017. – 77 с.
- [2] George F. Vander Voort, John J. Friel. *Developments in Materials Characterization Technologies*. – International Metallographic Society, 125 с., 1996.
- [3] Л.Д. Ландау. *Механика*. М.: «Наука». 208 с. 1973.
- [4] Ю.М. Широков, Н.П. Юдин. *Ядерная физика*. «Наука». 728 с. 1989.
- [5] Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин и др. *Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ*, в 2-х томах. М.: Мир, 651 с., 1984.
- [6] Joseph Goldstein, Dale E. Newbury, Joseph R. Michael, Nicholas W. M. Ritchie, John Henry J. Scott. *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. – New York, Springer, 2018
- [7] A. Bognera, P.-H. Jouneau, G. Thollet, D. Basset, C. Gauthier. *A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging*. *Micron*, 38, 2007 pp. 390–401.
- [8] Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Patrick Echlin, David C. Joy, Charles E. Lyman, Eric Lifshin, Linda Sawyer, Joseph R. Michael. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Kluwer Academic Publishers, New York (2003).
- [9] Peters K-R (1984) *Generation, collection and properties of an SE-I enriched signal suitable for high resolution SEM on bulk specimens*. In: Kyser DF, Niedrig H, Newbury DE, Shimizu R (eds) *Electron beam interactions with solids*. SEM, Inc, AMF O’Hare, p 363

# **Растровая электронная микроскопия**

*Учебное пособие*

Авторы:

**Никита Владимирович Сахаров,**

**Михаил Андреевич Фаддеев**

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования «Национальный исследовательский Нижегородский  
государственный университет им. Н.И. Лобачевского»  
603950, Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23.