

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 11.10.2024 16:13:06
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования

«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра нанотехнологий, микроэлектроники, общей и прикладной физики

Проректор по учебной работе
О.Г. Локтионова

« 9 » 10 2024 г.

Наноматериаловедение

Методические указания к выполнению лабораторных работ для
студентов направления подготовки
28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

Курс 2024

УДК 620.3.

Составители: Локтионова И.В., Ряполов П.А.

Рецензент

Доктор физико-математических наук, профессор А.П. Кузьменко

Наноматериаловедение: методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Локтионова И.В., Ряполов П.А. - Курск, 2024. - 66 с.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, в которых изучаются практические приемы работы на атомно-силовом, сканирующем и просвечивающем электронном микроскопах с применением цифровых двойников, шлифовка и полировка образцов на станке Buehler Vector LC, замена катода на растровом электронном микроскопе.

Методические указания соответствуют требованиям Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования и учебному плану направления подготовки 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника, степень (квалификация) магистр. Предназначены для студентов всех форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 9.10.24 Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 1,33. Уч.- изд. л. 1,21. Тираж экз. Заказ 1110

Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа №1 «Практические приемы работы на атомно-силовом микроскопе с применением виртуальной модели»	4
Лабораторная работа №2 «Шлифовка и полировка образцов на станке Buehler Vector LC».....	18
Лабораторная работа № 3 «Практические приемы работы на сканирующем электронном микроскопе с применением виртуальной модели».....	26
Лабораторная работа № 4 «Замена катода на растровом электронном микроскопе».....	45
Лабораторная работа № 5 «Практические приемы работы на просвечивающем электронном микроскопе с применением виртуальной модели».....	55

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ НА АТОМНО-СИЛОВОМ МИКРОСКОПЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ ВИРТУАЛЬНОЙ МОДЕЛИ

Цель работы: получение навыков работы на атомно-силовом микроскопе с применением цифрового двойника.

Оборудование: цифровой двойник сканирующего зондового микроскопа SmartSPM.

Теоретические сведения.

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – один из мощных современных методов исследования морфологии и локальных свойств поверхности твердого тела с высоким пространственным разрешением. В настоящее время практически ни одно исследование в области физики поверхности и тонкопленочных технологий не обходится без применения методов СЗМ. Развитие сканирующей зондовой микроскопии послужило также основой для развития новых методов в нанотехнологии – технологии создания структур с нанометровыми масштабами. Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ) – первый из семейства зондовых микроскопов - был изобретен в 1981 году швейцарскими учеными Гердом Биннигом и Генрихом Рорером. В своих работах они показали, что это достаточно простой и весьма эффективный способ исследования поверхности с пространственным разрешением вплоть до атомарного. Настоящее признание данная методика получила после визуализации атомарной структуры поверхности ряда материалов и, в частности, реконструированной поверхности кремния. В 1986 году за создание туннельного микроскопа Г. Биннигу и Г. Рореру была присуждена Нобелевская премия по физике. Вслед за туннельным микроскопом в течение короткого времени были созданы атомно-силовой микроскоп (АСМ), магнитно-силовой микроскоп (МСМ), электросиловой микроскоп (ЭСМ), ближнепольный оптический микроскоп (БОМ) и многие другие приборы, имеющие сходные принципы работы и называемые сканирующими зондовыми микроскопами. В настоящее время зондовая

микроскопия - это бурно развивающаяся область техники и прикладных научных исследований.

Атомно-силовой микроскоп (АСМ, англ. AFM – atomic-force microscope) – сканирующий зондовый микроскоп высокого разрешения. АСМ используют для определения рельефа поверхности с разрешением от десятков ангстрем вплоть до атомарного (и даже субатомарного) следующих материалов: твердотельные, полимерные, биологические, измерения в жидкости, нанолитография.

Принцип работы АСМ

Принцип работы атомно-силового микроскопа основан на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом (рис. 1). Зонд представляет собой наноразмерное остриё, располагающееся на конце упругой консоли (кантилевер). На зонд со стороны поверхности действует сила, которая приводит к изгибу кантилевера. Изменение топологии поверхности образца под зондом приводит к изменению силы, действующей на зонд, а значит, и к изменению величины изгиба кантилевера.

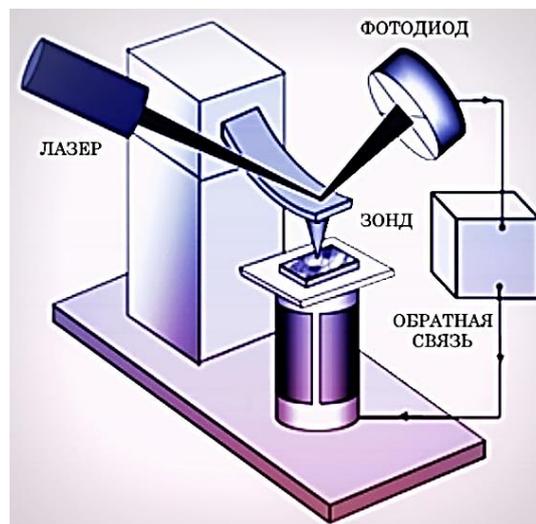


Рисунок 1. – Общая схема работы атомно-силового микроскопа

Регистрируя величину изгиба, можно получить изображение рельефа поверхности. Силы Ван-дер-Ваальса – короткодействующие силы, которые используют в первую очередь для описания взаимодействия зонда и образца .

Они включают в себя составляющие разного знака и на больших расстояниях обеспечивают притяжение, а на малых – отталкивание.

Существует три режима работы атомно-силового микроскопа:

- контактный (англ. contact mode),
- «полуконтактный» (англ. semi-contact mode или tapping mode),
- бесконтактный (англ. non-contact mode).

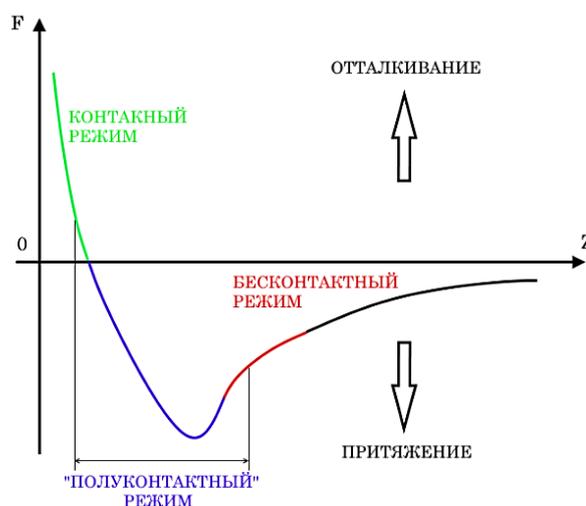


Рисунок 2. – Зависимость силы Ван-дер-Ваальса F_z от расстояния z и режимы работы атомно-силового микроскопа

Сканирующий зондовый микроскоп SmartSPM представляет собой универсальный прибор для проведения комплексных исследований поверхности различных объектов с нанометровым разрешением при работе в воздушной среде, жидкости и в контролируемой атмосфере. Высокий уровень автоматизации и простота управления позволяют быстро и легко получать качественные изображения.

Ключевыми особенностями SmartSPM являются:

- Высокая скорость сканирования поверхности образцов;
- Максимальная область сканирования – 100x100x15 мкм;
- Моторизованная система позиционирования образца 5x5 мм;
- Точность позиционирования зонда и отсутствие искажений изображения за счет использования в сканере емкостных датчиков с обратной связью;

- Малошумящая регистрирующая система с ИК лазером для измерения чувствительных к видимому свету образцов;
- Автоматизация измерений – автоматическая настройка регистрирующей системы шаговыми электродвигателями, автоматический выбор параметров измерения;
- Режим сканирования Noncontact и специальная процедура безопасного подвода зонда к образцу;
- Цифровой модульный контроллер с возможностью расширения функциональности прибора.

Прибор состоит из основания и зафиксированной на нем измерительной головки (рис.3). На измерительной головке расположены держатель зонда с зондом, лазер и фотодиод. В основании прибора расположены сканер с держателем образца, система подвода образца к зонду и система позиционирования образца. В микроскопе SmartSPM сканирование осуществляется образцом, в то время как зонд остается неподвижным.

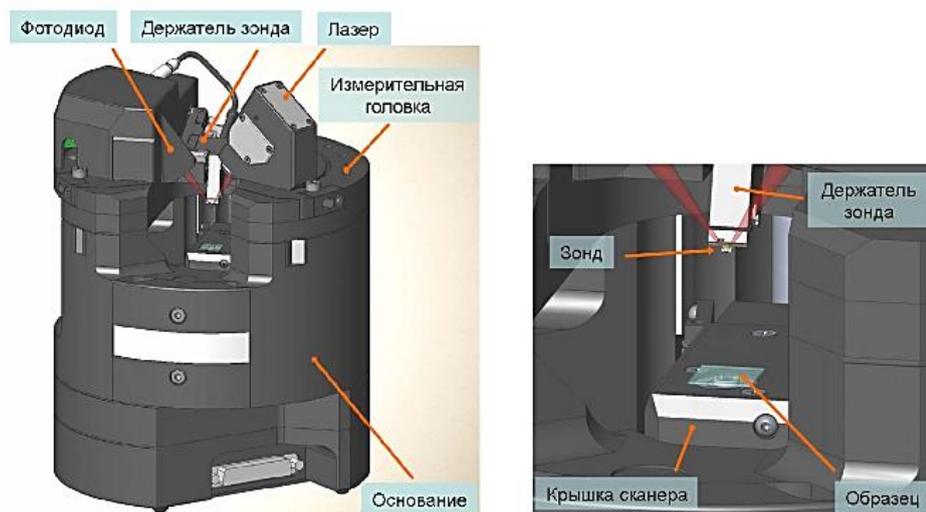


Рисунок 3. – Основные части прибора

Зонд представляет собой острую иглу, расположенную на конце гибкой консоли (кантилевера), закрепленной на основании (рис.4, а). Типичный радиус кривизны кремниевых игл составляет порядка нескольких нанометров (рис. 4, б).

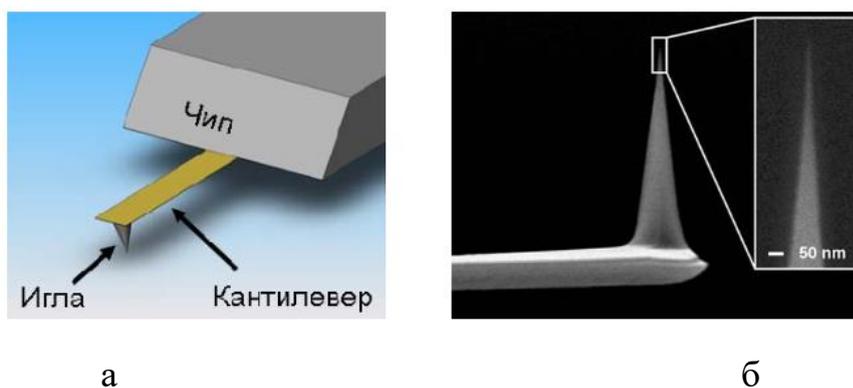


Рисунок 4. – Зонд атомно-силового микроскопа (а); изображение зонда полученное на сканирующем электронном микроскопе (б)

Зонд является сменным элементом, и фиксируется в держателе зонда пружинным зажимом (рис. 5). Для удобства замены зонда держатель зонда выполнен легкоъемным.



Рисунок 5. – Держатель зонда с зондом

Лазер и фотодиод представляют собой оптическую систему регистрации отклонения зонда, которое возникает при сканировании поверхности. В настроенной системе луч лазера, отражаясь от кантилевера, попадает на фотодиод. Настройка системы регистрации производится автоматически, с помощью перемещения держателя зонда и фотодиода шаговыми электродвигателями. Сканер предназначен для перемещения образца относительно зонда. Перемещение образца осуществляется за счет изменения линейных размеров пьезопакетов при подаче на них напряжения. Для точного контроля перемещения используются емкостные датчики, которые связаны со сканером цепью обратной связи. Образец фиксируется на подложке клеем или двусторонним скотчем. В свою очередь подложка с образцом механически фиксируется в держателе образца, который

присоединен к сканеру (рис.6). Микроскоп рассчитан на работу с образцами, размер которых не превышает 40x50x15 мм.

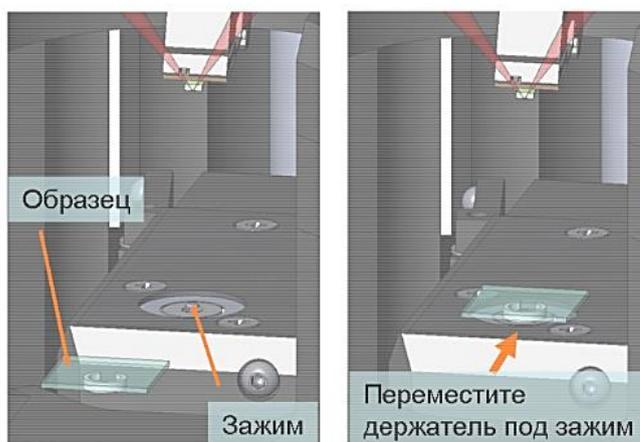


Рисунок 6.– Схема установки образца

Для подвода образца к зонду предусмотрена моторизованная система подвода. Моторизованная система подвода обеспечивает вертикальное перемещение образца на расстояние 18 мм. Система позиционирования предназначена для позиционирования образца относительно зонда, для приблизительного выбора места сканирования. Она обеспечивает перемещение образца 5x5 мм в плоскости XY. Перемещение осуществляется шаговыми электродвигателями. Управление перемещением осуществляется из программы управления микроскопом.

Для начала работы на сканирующем зондовом микроскопе:

- Включите компьютер;
- Включите контроллер;
- Запустите программу управления микроскопом.

После запуска программы на экране появится всплывающее окно, позволяющее выбрать вариант работы с прибором. Для проведения измерений нажмите кнопку «Initialize SPM», для работы с данными нажмите кнопку «View only mode». После успешной инициализации появляется информационное окно, предлагающее выбрать режим работы прибора.

После установки зонда и образца перейти к настройке прибора для работы в выбранном режиме согласно следующей последовательности шагов (схема 1):

Схема 1. Последовательность настройки прибора

Настройка системы регистрации

- Настройка лазера на зонд
- Настройка фотодиода

Настройка параметров метода

- Поиск резонанса
- Установка амплитуды колебаний зонда
- Выбор сет-пойнта и коэффициента усиления обратной связи

Подвод образца к зонду

- Подвод мотором
- Подстройка частоты, фазы и амплитуды вблизи поверхности образца
- Посадка на поверхность

Настройка параметров сканирования

- Подстройка коэффициента усиления обратной связи
- Корректировка сет-пойнта
- Выбор поля, скорости и направления сканирования

Настройку прибора можно выполнить как автоматически, так и вручную. При автоматической настройке прибора программа сама проходит через все шаги, указанные в схеме 1, от настройки системы регистрации отклонения зонда до момента начала сканирования. При ручной настройке необходимо выполнить указанную последовательность пошагово, последовательно запуская соответствующие процедуры.

Ход работы:

- 1) Изучить методики работы на атомно-силовом микроскопе. Включить компьютер для работы с образцами (рис. 7).

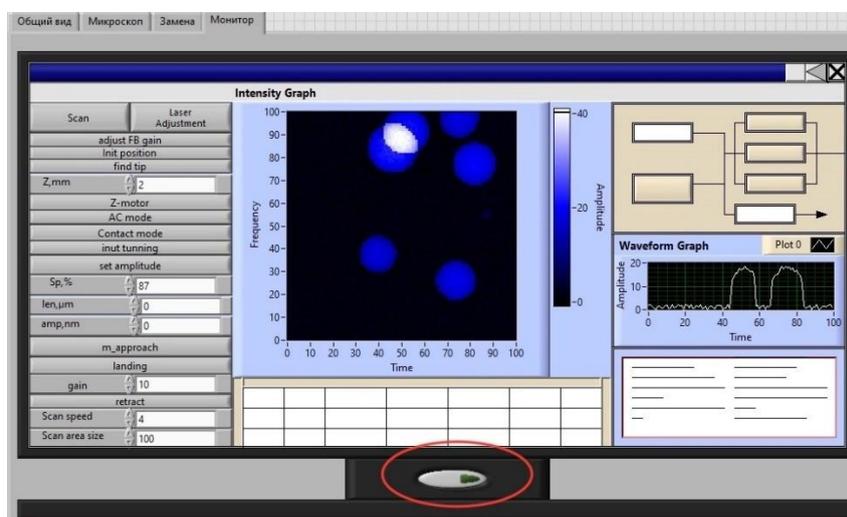


Рисунок 7. – Включение компьютера

- 2) Подключить микроскоп к электропитанию. Проверить его исправность. Включить контроллер. Для этого нажать кнопку на контроллере, которая находится под названием (рис. 8).



Рисунок 8. – Включение контроллера

- 3) Запустить программу управления микроскопа AIST-NT SPM Control Software.
- 4) Для работы контактным методом выбрать *Contact mode*, для работы полуконтактным или бесконтактным методами - *AC mode*. После выбора метода появится соответствующая контрольная панель (рис. 9).

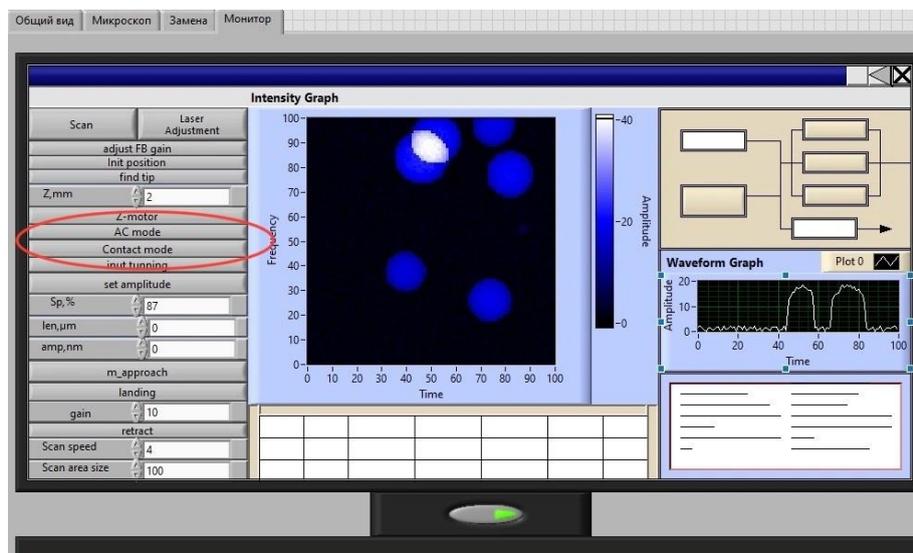


Рисунок 9. – Выбор метода работы прибора

5) Установить образец в держатель (рис. 10). Проверить правильность установки в микроскопе.



а

б

Рисунок 10. – Загрузка образца (а); образец загружен (б)

6) После установки образца необходимо произвести настройку положения кантилевера. Для этого перейдите в окно *Laser Adjustment* (рис. 11).

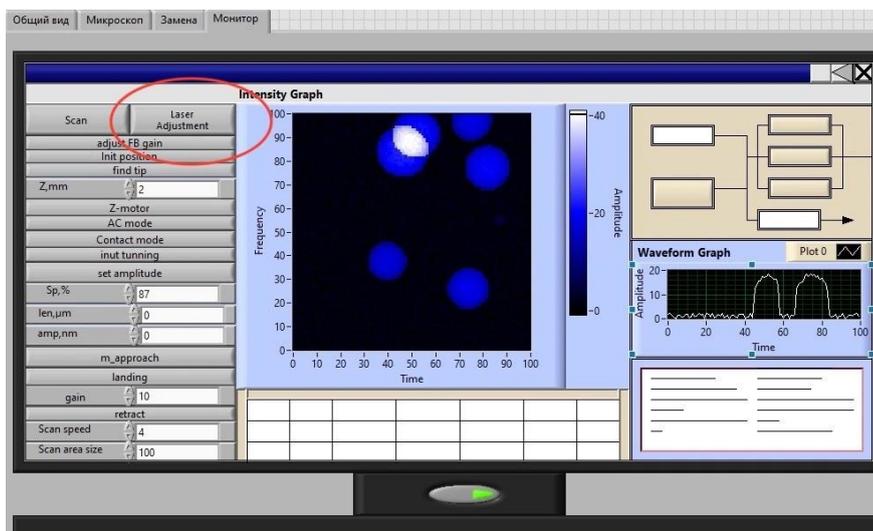


Рисунок 11. – Переход в окно Laser Adjustment

7) Нажать кнопку *Init position* в окне *Laser Adjustment*, чтобы установить каретку держателя зонда в начальное положение. Начальным положением является центральное положение каретки. Запустить поиск кантилевера кнопкой *find tip* (рис. 12).

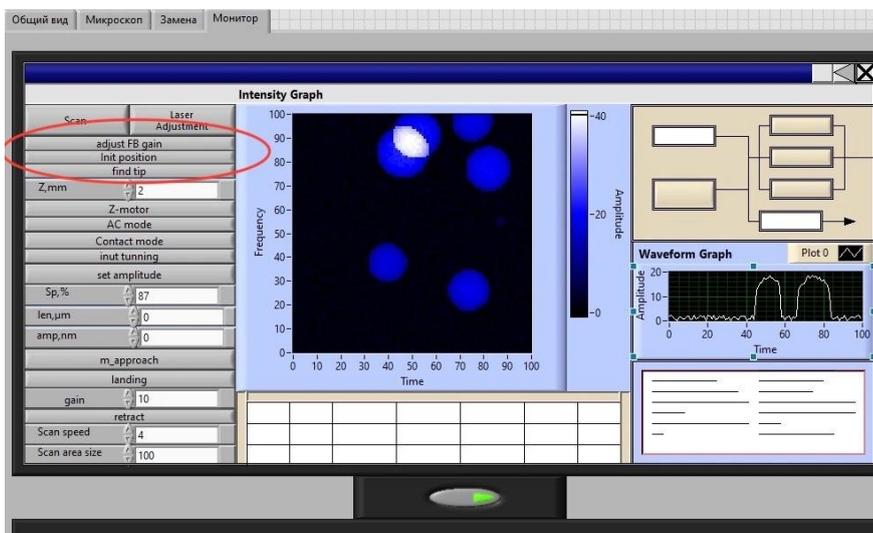


Рисунок 12. – Установка зонда в начальное положение

8) Для поиска резонанса и установки рабочей частоты нажать кнопку *Init tuning* на контрольной панели AC mode. По окончании настройки появится сообщение «Resonance setup completed». Для установки амплитуды проделать следующее: ввести длину кантилевера в поле ввода *len* на контрольной панели AC mode. Длина кантилевера указана на этикетке коробочки с зондами. На той же панели ввести амплитуду в поле ввода *amp* и нажать кнопку *set amplitude*. Выбор значения амплитуды определяется типом

кантилевера и методом работы: для полуконтактного метода следует устанавливать 50-200 нм, для бесконтактного 5-20 нм (рис. 13).

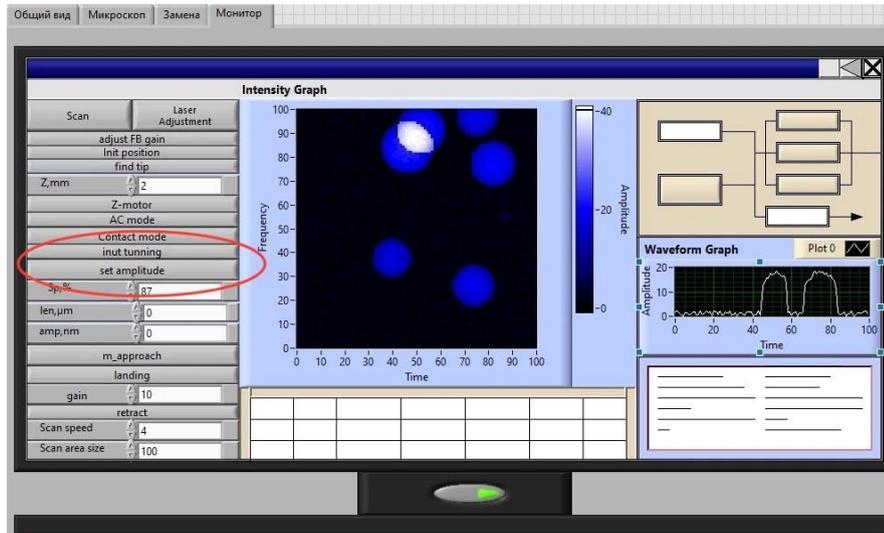


Рисунок 13. – Ввод значений

9) Чтобы подвести образец к зонду на расстояние 1-3 мм, использовать поле *dist* и кнопку *move*, расположенные на панели *Z motor Ctrl* (рис. 14). Расстояние между зондом и образцом контролировать визуально, глядя на микроскоп сбоку.

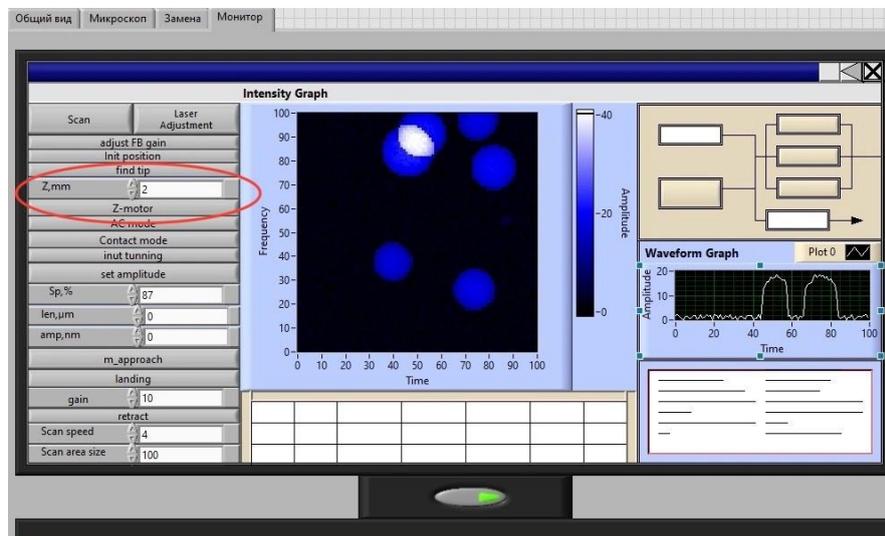


Рисунок 14. – Настройка подвода образца к зонду

10) Для запуска автоматического подвода зонда нажмите кнопку *m_approach* на контрольной панели *AC mode*. Программа перейдет в окно *Curves View*, в котором будет отображаться зависимость амплитуды колебаний кантилевера (сигнал *Mag*) от вертикального положения сканера.

После того как подвод завершится появится сообщение «*motor approach completed, surface was found*» (рис. 15).

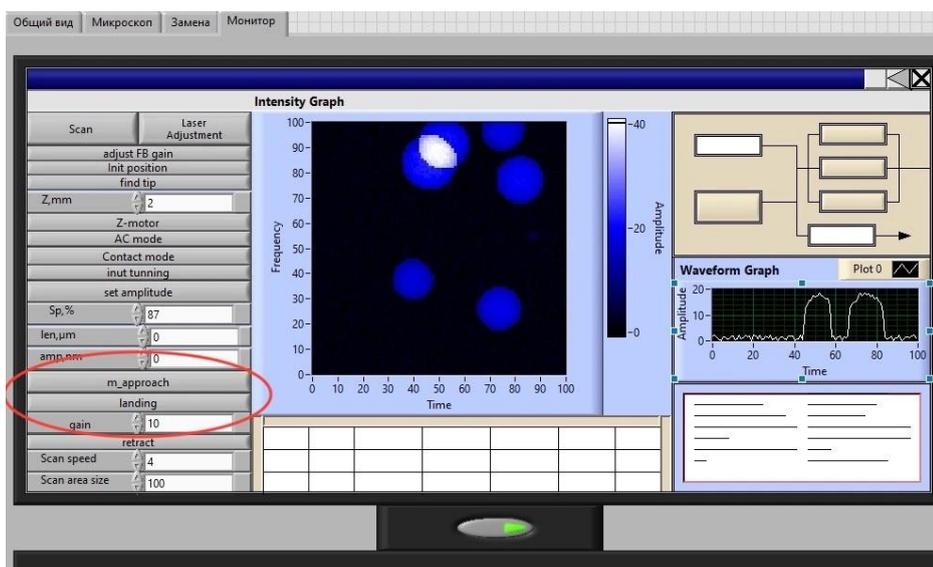


Рисунок 15. – Автоматический подвод зонда

11) Процедура автоматической настройки обратной связи состоит в запуске кнопки *adjust gain* на контрольной панели AC mode (рис. 16).

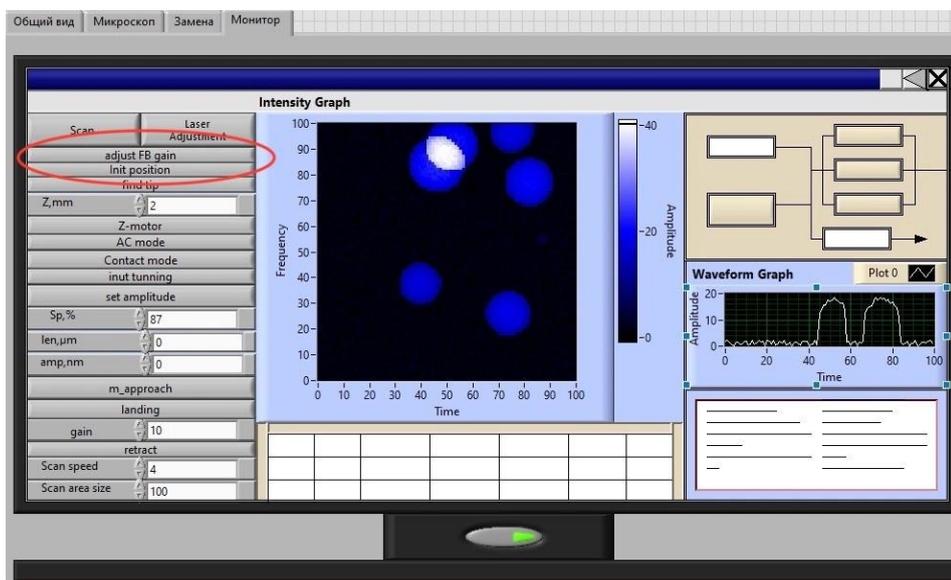


Рисунок 16. – Настройка обратной связи

12) Для проведения сканирования перейти в окно *Scan* (рис. 17). По умолчанию там установлены настройки для режима сканирования, поля сканирования, скорости, количества точек и измеряемых сигналов. Проверив и при необходимости изменив настройки сканирования, запустить сканирование кнопкой в виде стрелочки.

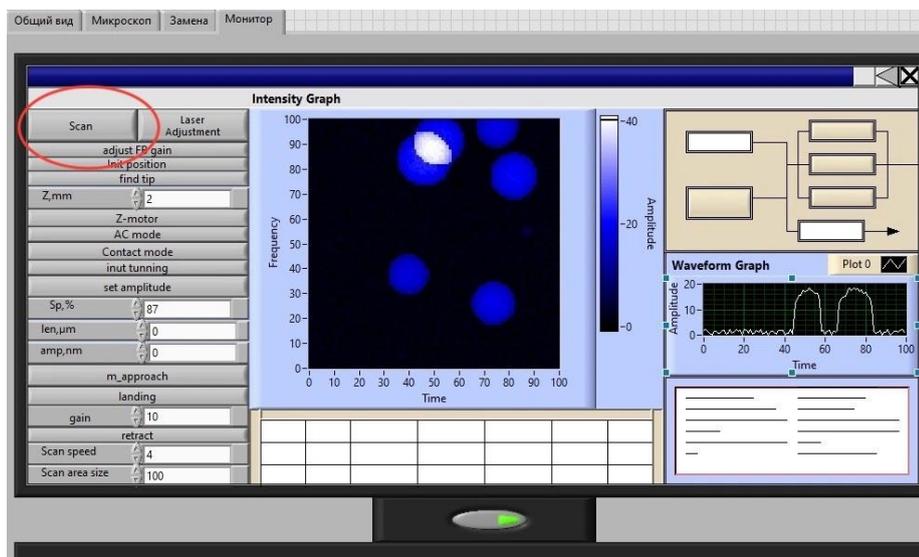


Рисунок 17. – Сканирование

13) В результате щелчка на кнопке *Scan* начнется построчное сканирование поверхности образца и в области отображения 2D-данных сканирования, строчка за строчкой, начнет появляться изображение сканируемой поверхности (рис. 18).

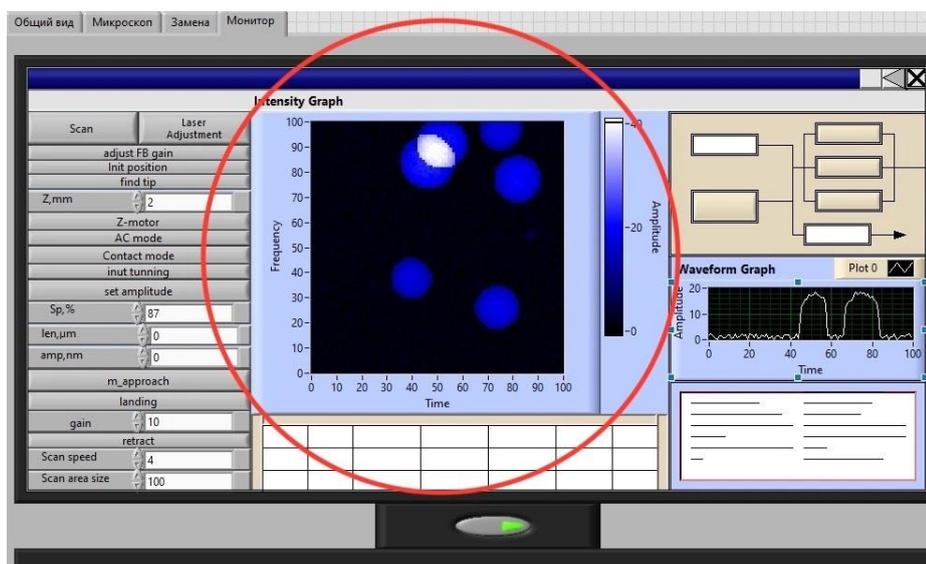


Рисунок 18. – Сканирование образца

14) Сформулируйте вывод.

Контрольные вопросы:

1. Основы СЗМ?
2. Принцип работы АСМ?
3. Зависимость силы Ван-дер-Ваальса от расстояния и режимы работы атомно-силового микроскопа?

4. Последовательность настройки прибора SmartSPM?

Рекомендуемая литература:

1. Миронов, В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии : учебное пособие / В. Л. Миронов. - Нижний Новгород : Институт физики микроструктур РАН, 2004. - 114 с. - URL: <http://window.edu.ru/catalog/pdf2txt/535/73535/52502>. - Б. ц. - Текст : электронный.
2. Елманов, Г. Н. Исследование топологии поверхности методом сканирующей атомно-силовой микроскопии : учебное пособие / Г. Н. Елманов, Б. Логинов, О. Севрюков. - Москва : МИФИ, 2011. - 64 с. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=231529>. - ISBN 978-5-7262-1581-5 : Б. ц. - Текст : электронный.
3. Неволин, В. К. Зондовые нанотехнологии в электронике : монография / В.К. Неволин. - Изд. 2-е, испр. - Москва : Техносфера, 2014. - 174 с. - (Мир электроники). -URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=260697> (дата обращения: 19.09.2023) . - Режим доступа: по подписке. - ISBN 978-5-94836-382-0 : Б. ц. - Текст : электронный.
4. Кларк, Э. Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э. Р. Кларк, К. Н. Эберхардт ; Российская академия наук, Институт синтетических полимерных материалов им. Н. С. Ениколопова. - М. : Техносфера, 2007. - 376 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 978-5-94836-1 21-5 : 200.00 р. - Текст : непосредственный.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

ШЛИФОВКА И ПОЛИРОВКА ОБРАЗЦОВ НА СТАНКЕ BUEHLER VECTOR LC

Цель работы: получение навыков работы на шлифовально-полировальном станке с применением цифрового двойника.

Оборудование: цифровой двойник шлифовально-полировального станка Buehler Vector LC.

Теоретические сведения.

Для исследования образцов на атомно-силовых микроскопах требуется специальная подготовка их поверхности. Одной из подготовок является полировка с качеством несколько десятков нанометров. Полировка образцов в работе осуществляется на современном полуавтоматическом однодисковом шлифовально-полировальном станке для металлографической пробоподготовки Buender с насадкой Vector LC, который отличается высокой надежностью и качеством подготовки шлифов в автоматическом режиме. Этот станок имеет возможность установки автоматической головы, что позволяет достигать хорошего качества подготовки шлифа оператору с низким опытом шлифподготовки. Приводные круги 300 мм. (12") и 250 мм. (10") для подготовки образцов больших размеров. Мощный литой корпус снижает вибрацию и повышает долговечность. Индивидуальная и общая нагрузка на образцы, позволяет выбрать наиболее удобный процесс подготовки широкого перечня материалов и конфигураций образцов. Механическая подготовка с элементами травления поверхности металлов на полученных образцах производится по стандартной методике шлифовки и полировки прилагаемой к станку Labo-Pol12. Суть её заключается в следующем.

1. Сначала производилась последовательная шлифовка с использованием воды на кругах с номерами 320, 600 и 1000.

2. После каждой смены шлифовальных кругов рабочие части установки и образцы промываются тщательно проточной фильтрованной водой.

3. Затем осуществляется полировка на дисках с мягкой поверхностью посредством абразивных жидкостей с элементами травления и с размером алмазных частичек при последовательной полировке: 9 мкм, 6 мкм, 3 мкм, 1 мкм и 20 нм.

4. После каждой смены шлифовальных кругов и абразивных жидкостей рабочие части установки и образцы промываются тщательно проточной фильтрованной водой или лучше дистиллированной.

5. Из-за значительного различия в твёрдости используемых в качестве образцов металлов (или др. материалов), опытным путём необходимо подбирать характерное для него время шлифовки или полировки на каждом этапе, а также силу поджатия образца к полировальным кругам.

6. Хранить образцы рекомендуется в специально приобретённых контейнерах с разделительными перегородками (рис. 1).



Рисунок 1. – Фотография контейнера для хранения с образцами

Для исследования влияния микро- и наноструктур на поверхности металла на свойства межфазной границы осуществлялась подготовка поверхностей металлических электродов, со специально подготовленной геометрией для последующей установки образцов в унифицированную ячейку. То есть подготовка поверхностей металлических образцов производилась по методике в несколько этапов. По каждому этапу предусматривается проведение инструктажа по технике безопасности работы на фрезерно-сверлильном и шлифовальном станках и рассматриваются методы работы на них.

По первому этапу для изготовления образцов могут использоваться следующие металлы: алюминий, медь, манганин, титан, вольфрам, цинк, олово. Изготовление образцов с заданными геометрическими размерами производится на фрезерно-сверлильном станке «JET JMD (150 Вт)». Контроль размеров осуществляется микрометром и штангенциркулем. Относительная погрешность изготовления по размерам составляет порядка 0,6 %. По второму этапу могут быть изготовлены 3 вида образцов электродов:

1) в виде пар одинаковых металлических пластин из одного и того же металла, прямоугольной формы с размерами $40 \times 15 \text{ мм}^2$, для тестирования на них установки и проведения экспериментов по определению ампер-временных и вольт-амперных характеристик межфазной границы «металл-жидкость». Данные электроды помещены в специальные контейнеры из оргстекла и полируются на станке вручную;

2) в виде пар одинаковых металлических пластин, тоже из одинакового металла, квадратной формы с размерами $16,3 \times 16,3 \text{ мм}^2$, предназначенных для исследований ёмкостных характеристик системы металлические электроды–диэлектрическая жидкость с донорными добавками, усиливающими инжекцию зарядов, с малым расстоянием между электродами;

3) в виде пластин меньшего размера с квадратной формой, по одной для каждого металла и предназначенных для исследования первоначальной микро- и наноструктуры на АСМ.

Ход работы:

1) Подключить прибор к электропитанию. Проверить его исправность. Включить шлифовально-полировальный станок (рис. 2).

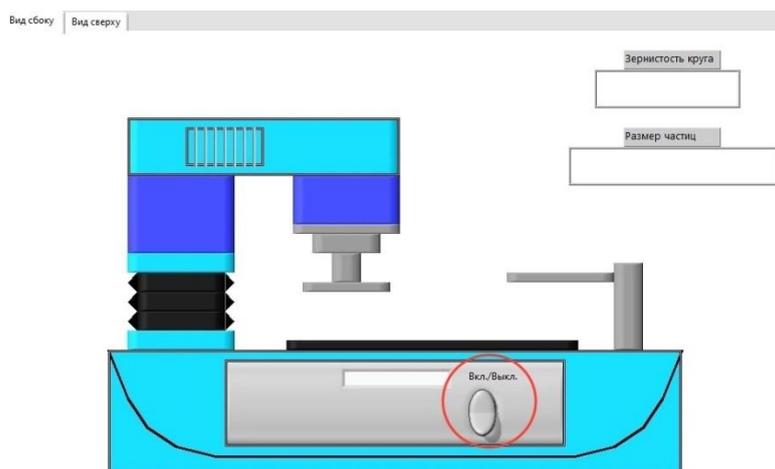


Рисунок 2. – Включение шлифовальной машины

2) Взять необходимые образцы и установить их для последующей обработки (рис. 3). Проверить правильность установки в полуавтоматической насадке.

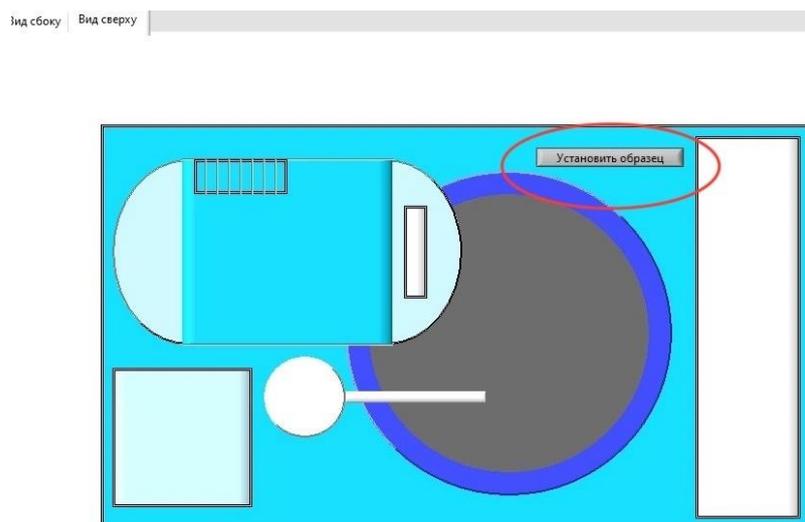


Рисунок 3. – Загрузка образца

3) Далее производится последовательная шлифовка с использованием воды на круге с номером 320 (рис. 4). Подача воды может включаться при необходимости вручную, а также автоматически в зависимости от состояния работы круга.

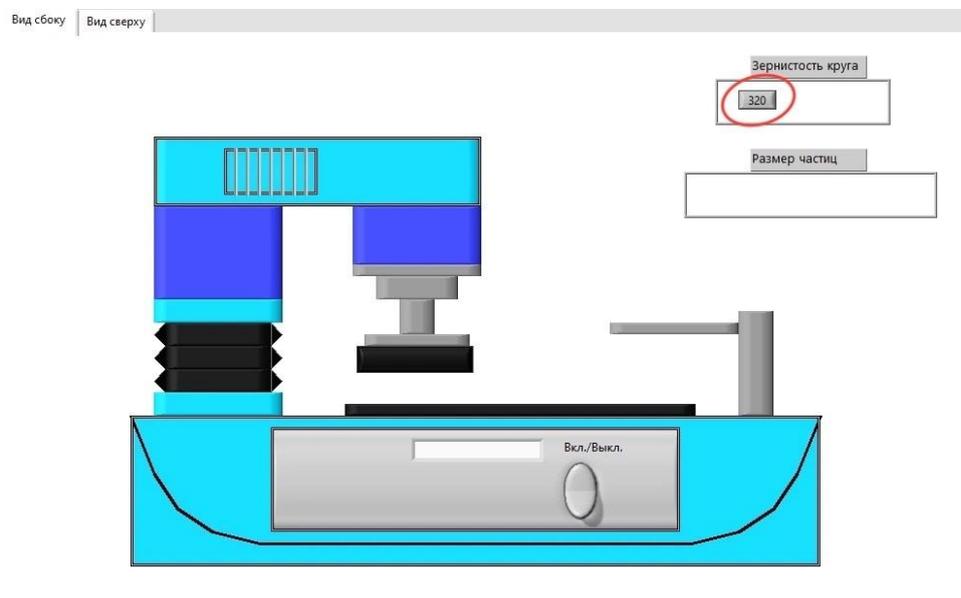


Рисунок 4. – Зернистость круга 320

4) После этого производится замена круга с номером 600, а потом с номером 1000, соответственно (рис. 5). Подача воды из системы.

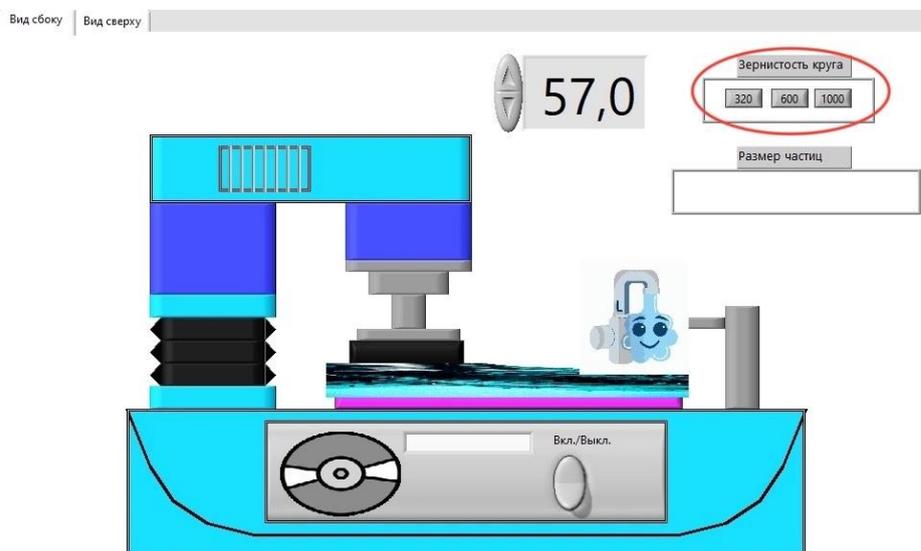


Рисунок 5. – Выбор зернистости 600 и 1000

5) Заменить круг, на мягкий диск для работы с жидкими абразивами (рис. 6). Осуществить шлифовку и полировку образцов при последовательной смене шлифовальных кругов и абразивных жидкостей

согласно методике полировки на станке "Buehler Vector LC" до качества 20 нм. Каждый раз, промывая рабочие части фильтрованной или дистиллированной водой.

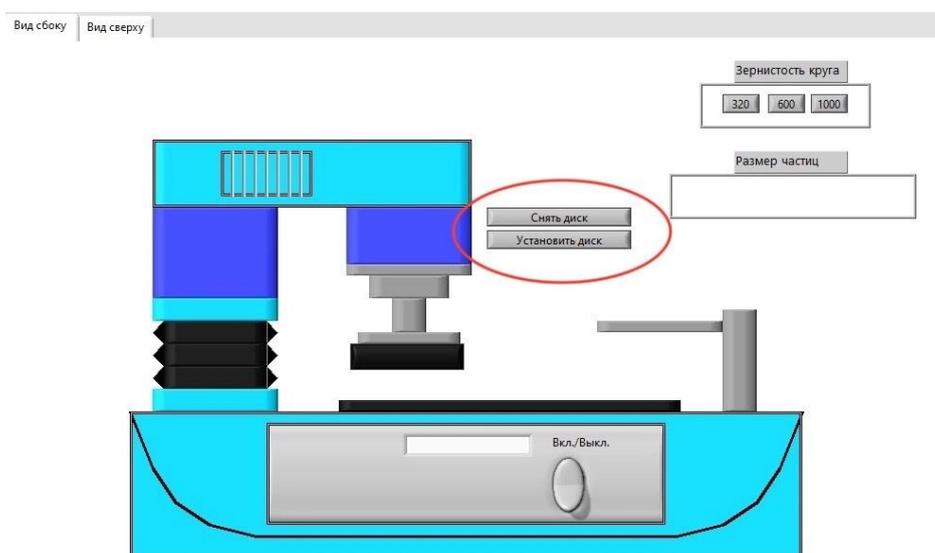


Рисунок 6. – Снятие и установка диска

б) Затем осуществляется полировка на дисках с мягкой поверхностью посредством абразивных жидкостей с элементами травления и с размером алмазных частичек при последовательной полировке: 9 мкм, 6 мкм, 3 мкм, 1 мкм и 20 нм (рис. 7).

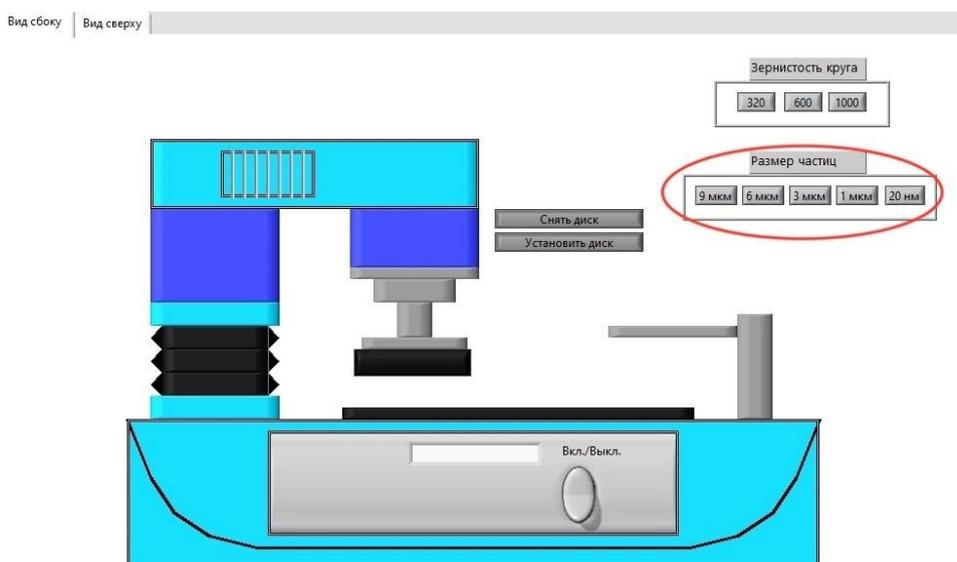


Рисунок 7. – Последовательный выбор размера частиц полировки

7) Результат образцов после работы на шлифовально-полировальном станке (рис. 8). Из-за значительного различия в твёрдости

используемых в качестве образцов металлов (или др. материалов), опытным путём необходимо подбирать характерное для него время шлифовки или полировки на каждом этапе, а также силу поджатия образца к полировальным кругам.

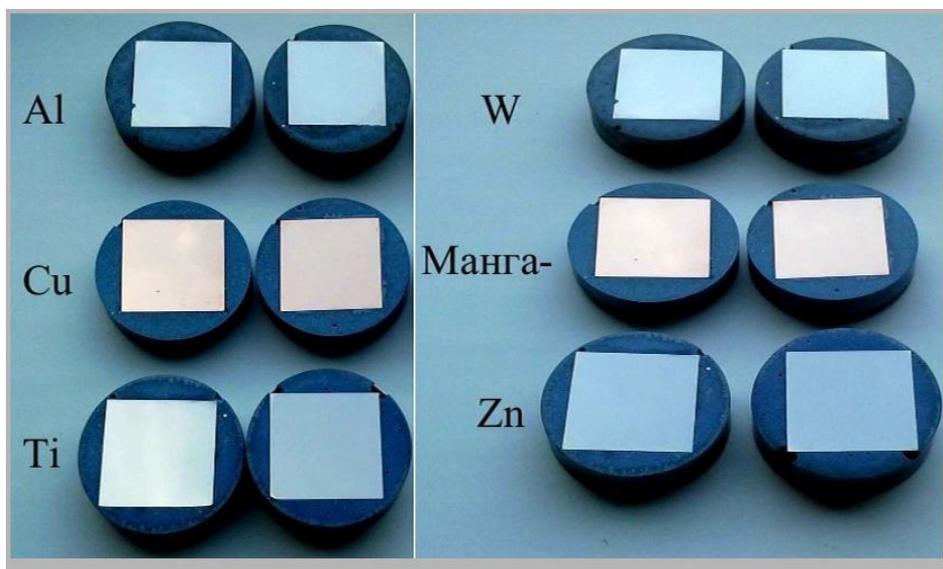


Рисунок 8. – Результат шлифоваль-нополировального процесса

8) Сформулируйте вывод.

Контрольные вопросы:

1. Описание установки и методики подготовки образцов?
2. Стандартные методики шлифовки и полировки?
3. Методика исследований по контролю качества обработки поверхностей образцов и определение их первоначальной микро- и наноструктуры?

Рекомендуемая литература:

1. Исследование топологии поверхности методом сканирующей атомно-силовой микроскопии [Электронный ресурс]: учебное пособие / Г. Н. Елманов, Б. А. Логинов, О.Н. Севрюков; - М. : МИФИ, 2011. - 64 с. // Режим доступа - <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=231529>
2. Методы исследования микроэлектронных и нанoeлектронных материалов и структур: сканирующая зондовая микроскопия [Электронный ресурс]: учебное пособие / Н. И. Филимонова, Б. Б.

Кольцов; - Новосибирск : НГТУ, 2013. - Ч. I. - 134 с. // Режим доступа - <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=228943>

3. Методы структурных исследований материалов. Методы микроскопии [Электронный ресурс]: учебное пособие / Э.Ф. Вознесенский, Ф.С. Шарифуллин, И.Ш. Абдуллин ; Министерство образования и науки России, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет». – Казань : Издательство КНИТУ, 2014. – 184 с. // Режим доступа - http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=428294&sr=1

4. Смирнов, С.В. Методы и оборудование контроля параметров технологических процессов производства наногетероструктур и наногетероструктурных монокристаллических интегральных схем : учебное пособие [Электронный ресурс] / С.В. Смирнов. - Томск : Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, 2010. - 115 с. 9 // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=208659>

5. Сергеев, А. Г. Нанометрология [Электронный ресурс]: / А. Г. Сергеев. - М. : Логос, 2011. - 415 с. // Режим доступа - <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=84986>

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3
ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ НА СКАНИРУЮЩЕМ
ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ С ПРИМЕНЕНИЕМ
ВИРТУАЛЬНОЙ МОДЕЛИ

Цель работы: получение навыков работы на сканирующем электронном микроскопе с применением цифрового двойника.

Оборудование: цифровой двойник сканирующего электронного микроскопа JEOL 6610LV.

Теоретические сведения.

В основе растровой электронной микроскопии (РЭМ) лежит сканирование поверхности образца электронным зондом и детектирование (распознавание) возникающего при этом широкого спектра излучений. Сигналами для получения изображения в РЭМ служат вторичные, отраженные и поглощённые электроны. Другие эффекты, в частности рентгеновское излучение, используется для получения дополнительной информации о химическом составе материала исследуемого образца с помощью рентгеноспектрального микроанализатора (РСМА). Все это определяет методические особенности использования РЭМ и создает целый ряд новых дополнительных аналитических возможностей в области электронной микроскопии. Высокая информативность, простота изготовления объектов для исследования, высокая степень автоматизации количественного анализа изображения и обработки результатов измерений и др. делают РЭМ наиболее универсальным прибором для исследования структуры материалов и топографии поверхности. РЭМ применяется в различных областях научной и практической деятельности, например, в металловедении, медицине, химии и др.

Принцип действия РЭМ основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов - зондом. Как показано на рисунке 1 в результате взаимодействия электронов (1) с образцом (веществом) (2)

генерируются различные сигналы. Основными из них являются поток электронов: отраженных (3), вторичных (4), Оже-электронов (5), поглощенных (6), прошедших через образец (7), а также излучений: катодолуминесцентного (8) и рентгеновского (9). Для получения изображения поверхности образца используются вторичные, отраженные и поглощённые электроны. Остальные излучения применяются в РЭМ как дополнительные источники информации.

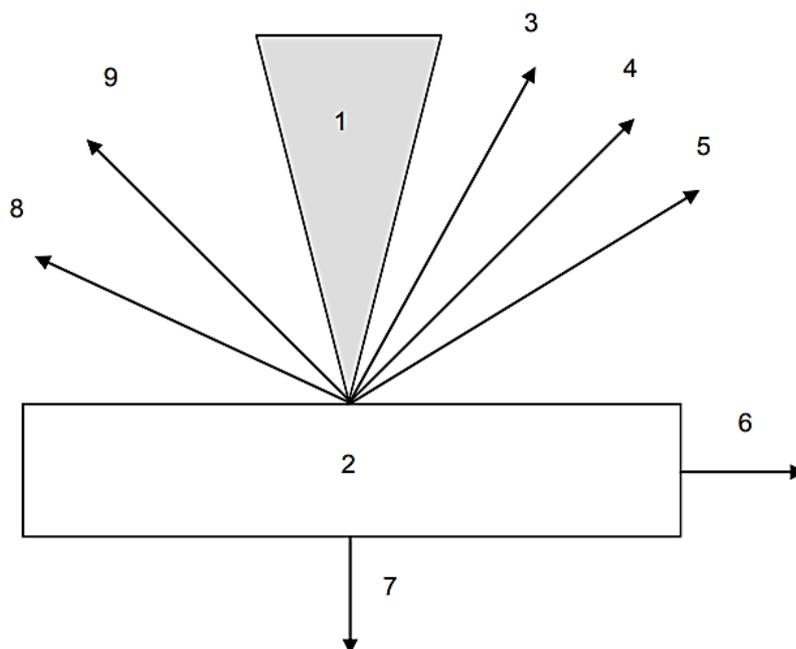


Рисунок 1. – Эффекты взаимодействия электронного луча с объектом: 1 – электронный луч, 2 – объект, 3 – отраженные электроны, 4 – вторичные электроны, 5 – Оже-электроны, 6 – ток поглощенных электронов, 7 – прошедшие электроны, 8 – катодолуминесцентное излучение, 9 – рентгеновское излучение.

Важнейшей характеристикой любого микроскопа является его разрешающая способность. Она определяется:

- 1 – площадью сечения или диаметром зонда;
- 2 – контрастом, создаваемым образцом и детекторной системой;
- 3 – областью генерации сигнала в образце.

Диаметр зонда в основном зависит от конструктивных особенностей и качества узлов микроскопа и прежде всего электронной оптики. В

современных РЭМ достигнуто высокое совершенство компонентов конструкции, что позволило уменьшить диаметр зонда до 5...10 нм. Влияние контраста на разрешающую способность проявляется в следующем. Формирование контраста в РЭМ определяется разностью детектируемых сигналов от соседних участков образца, чем она больше, тем выше контраст изображения. Контраст зависит от нескольких факторов: топографии поверхности, химического состава объекта, поверхностных локальных магнитных и электрических полей, кристаллографической ориентации элементов структуры. Важнейшими из них являются топографический, зависящий от неровностей поверхности образца, а также композиционный, зависящий от химического состава. Уровень контраста определяется также и эффективностью преобразования падающего на детектор излучения, которое создает сигнал на его выходе. Если получаемый в итоге контраст недостаточен, то его можно повысить, увеличив ток зонда. Однако большой поток электронов в силу особенностей электронной оптики не может быть хорошо сфокусирован, то есть диаметр зонда возрастет и, соответственно, снизится разрешающая способность. Другой фактор, ограничивающий разрешение, зависит от размеров области генерации сигнала в образце. Схема генерации различных излучений при воздействии электронного пучка на образец представлена на рисунке 2. При проникновении первичных электронов в образец они рассеиваются во всех направлениях, поэтому внутри образца происходит расширение пучка электронов. Участок образца, в котором первичные электроны тормозятся до энергии $E=0$, имеет грушевидную форму.

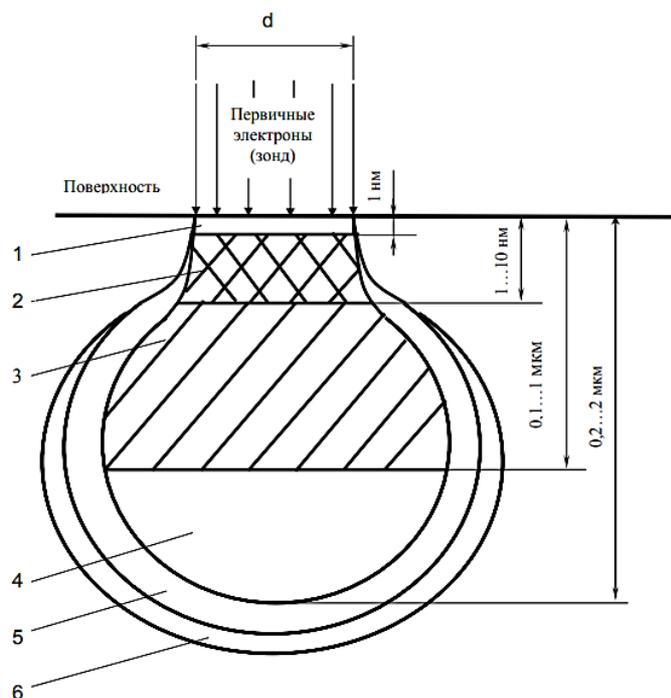


Рисунок 2. – Области сигналов и пространственное разрешение при облучении поверхности объекта потоком электронов (зонд). Области генерации: 1 – Оже-электронов, 2 – вторичных электронов, 3 – отраженных электронов, 4 – характеристического рентгеновского излучения, 5 – тормозного рентгеновского излучения, 6 – флуоресценции.

Боковое расширение электронного пучка в образце в этом случае имеет величину от 1 до 2 мкм, даже когда зонд имеет диаметр 10 нм. Расхождение электронов приводит к тому, что площадь выхода на поверхность образца электронов будет больше фокуса. В связи с этим процессы рассеивания электронов внутри образца оказывают большое влияние на разрешающую способность изображений, получаемых в отраженных, вторичных и поглощенных электронах.

Отраженные электроны образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до 90^0) углы в результате однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы. В конечном итоге первичные электроны, испытав ряд взаимодействий с атомами образца и теряя при этом энергию, изменяют траекторию своего движения и покидают поверхность образца. Размеры области генерации

отраженных электронов значительны и зависят от длины пробега электронов в материале образца. Протяженность области возрастает с увеличением ускоряющего первичные электроны напряжения и уменьшения среднего атомного номера Z элементов, входящих в состав образца. Протяженность области может изменяться от 0,1 до 1 мкм. Электроны, потерявшие в процессе отражения часть энергии, покидают образец на относительно больших расстояниях от места падения электронного зонда. Соответственно сечение, с которого получают сигнал, будет существенно больше сечения зонда. Поэтому разрешение РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов небольшое и изменяется от десятков нанометров при работе с невысокими ускоряющими напряжениями и тяжелыми материалами до сотен нанометров при работе с большими ускоряющими напряжениями и легкими материалами. Важной особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее количество отраженных электронов с малым запасом энергии. В областях образца, содержащих высокую концентрацию атомов с большим атомным номером (тяжелые атомы), большее число электронов отражается от этих атомов и на меньшей глубине в образце, поэтому потери энергии при их движении к поверхности меньше. Эти закономерности используются при получении изображений в отраженных электронах.

Первичные электроны, проникающие в образец, взаимодействуют с электронами внешних оболочек атомов объекта, передавая им часть своей энергии. Происходит ионизация атомов образца, а высвобождающиеся в этом случае электроны могут покинуть образец и быть выявлены в виде вторичных электронов. Они характеризуются очень малой энергией до 50 эВ и поэтому выходят из участков образца очень близких к поверхности. Глубина слоя, дающего вторичные электроны, составляет 1...10 нм. В пределах этого слоя рассеивание электронов пренебрежимо мало, и поэтому

при получении изображений во вторичных электронах разрешающая способность определяется, прежде всего, диаметром первичного зонда. Вторичные электроны обеспечивают максимальную в сравнении с другими сигналами разрешающую способность порядка 5...10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения поверхности объекта, и именно для этого случая приводятся паспортные характеристики прибора. Количество образующихся вторичных электронов слабо зависит от атомного номера элемента. Основным параметром, определяющим выход вторичных электронов, является угол падения пучка первичных электронов на поверхность объекта. Таким образом, вариации наклона микроучастков поверхности вызывают резко выраженные изменения в выходе вторичных электронов. Этот эффект используется для получения информации о топографии поверхности. С целью увеличения эмиссии вторичных электронов часто образец устанавливается под углом к оси зонда. При этом будет ухудшаться резкость изображения – его размытие по краям. Для ее исправления в РЭМ предусмотрена система компенсации угла наклона. Метод наклона образца применяют при исследовании плоских объектов (металлографических шлифов и др.). Для образцов с сильно развитым рельефом полностью провести коррекцию угла наклона не удастся.

При воздействии зонда часть генерируемых электронов остается в объеме образца. Так, при энергиях первичного пучка 10...20 кэВ примерно 50% от общего числа образующихся вторичных и отраженных электронов достигают поверхности образца и покидают ее. Оставшиеся электроны образуют ток поглощенных электронов. Его величина равна разности между током зонда и токами отраженных и вторичных электронов. Эта разность является сигналом для получения изображения, на которое оказывают влияние как топографический, так и композиционный эффекты. Поглощенные электроны генерируются в большом объеме. Разрешающая способность при получении изображений в этом случае имеет такой же

порядок, как и для отраженных электронов. Данный метод получения изображений используется редко из-за малой разрешающей способности.

Блок-схема РЭМ представлена на рисунке 3.

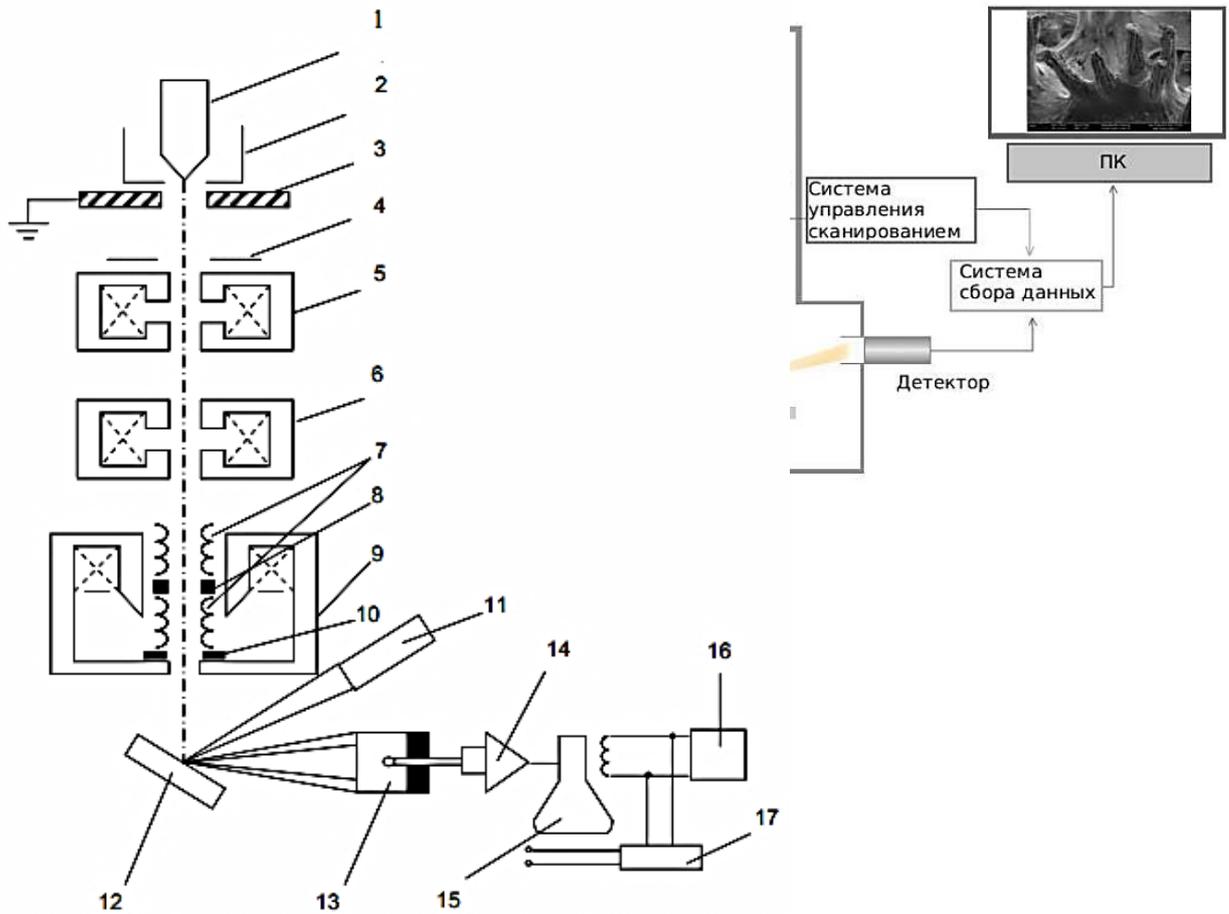


Рисунок 3. – Принципиальная схема растрового электронного микроскопа

Он состоит из следующих основных узлов: электронной пушки (1-3), эмитирующей электроны; электроннооптической системы (4-10), формирующей электронный зонд и обеспечивающей его сканирование на поверхности образца (12); системы, формирующей изображение (11, 13-17). РЭМ имеет вакуумную камеру, которая служит для создания необходимого разряжения ($\sim 10^{-3}$ Па) в рабочем объеме электронной пушки и электронно-оптической системы. Составными частями микроскопа являются механические узлы (шлюзы, гониометрический стол и т.д.), обеспечивающие установку и перемещение образца.

Электронная пушка состоит из катода (1), цилиндра Венельта (2) и анода (3). Обычно в качестве катода используется вольфрамовая V-образная проволока. При нагреве катода прямым пропусканием тока происходит термоэмиссия электронов. Электроны ускоряются напряжением, приложенным между катодом и анодом, которое можно изменять от 1 до 50 кВ. Цилиндр Венельта имеет высокий отрицательный потенциал и служит для регулировки потока электронов. Пучок электронов от пушки проходит через три электромагнитные линзы (5),(6),(9). Фокусировка потока электронов осуществляется магнитным полем, имеющим осевую симметрию. Оно создается электромагнитной линзой, которая представляет собой соленоид. Магнитное поле возникает при пропускании электрического тока через обмотку соленоида, концентрируется с помощью так называемого полюсного наконечника и воздействует на проходящий через него поток электронов. Фокусное расстояние линзы можно плавно регулировать путем изменения силы тока в обмотке соленоида. В системе имеются две диафрагмы (4), (10), ограничивающие расходимость пучка электронов.

Несовершенства электронной оптики, как указывалось ранее, оказывают влияние на разрешающую способность микроскопа. К несовершенствам оптики относятся хроматическая, сферическая абберации и астигматизм. Хроматическая абберация возникает из-за различной скорости (т.е. длины волны) электронов и изменении ее по времени, что приводит к непостоянству фокусных расстояний линз. Хроматическую абберацию уменьшают путем стабилизации ускоряющего электроны напряжения и электрического тока в линзах. Сферическая абберация возникает вследствие того, что электроны проходят на различных угловых расстояниях от оптической оси линзы и поэтому по-разному фокусируются. Сферическую абберацию уменьшают наложением строгих ограничений на геометрию полюсных наконечников линз, увеличением ускоряющего напряжения и уменьшением диафрагмы. В этом случае поток формируется электронами, в меньшей степени отклоненными от оптической оси линзы.

Возникновение астигматизма связано с нарушением магнитной или геометрической симметрии линзы. Устранение асимметрии достигается обеспечением высокой геометрической точности изготовления полюсного наконечника линзы и введением специальной системы, называемой стигматором (8), который корректирует магнитное поле линзы, восстанавливая его симметрию. Стигматор расположен в объективной линзе (9). Внутри нее также находятся две пары электромагнитных отклоняющих катушек (7), каждая из которых служит для отклонения зонда соответственно в x и y направлениях в плоскости перпендикулярной оси потока электронов. Катушки соединены с генератором (16), обеспечивающим синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану электронно-лучевой трубки (15).

Образец (12) крепится на предметном столике, который может перемещаться в трех взаимно перпендикулярных направлениях, допускает наклон образца до 90^0 к электронно-оптической оси и вращение вокруг оси от 0 до 360^0 . Электронный пучок, сфокусированный на поверхности образца, вызывает появление отраженных, вторичных и поглощенных электронов, которые используются для получения изображения поверхности образца. Эти сигналы улавливаются специальными детекторами. На схеме РЭМ (рис.3) представлен только один из возможного набора тип детектора (13), используемый для регистрации вторичных электронов. В детекторе поток электронов преобразуется в электрический сигнал (ток). После прохождения тока через усилитель (14) модулируется яркость экрана. В качестве детектора вторичных электронов используется детектор Эверхарта-Торнли.

Схема детектора представлена на рисунке 4. Коллектор (1) имеет положительный потенциал, приблизительно $+250$ В, благодаря чему траектории вторичных электронов искривляются и они попадают в коллектор. На первичные и отраженные электроны, имеющие высокие значения энергии, этот потенциал существенного влияния не оказывает.

Внутри коллектора электроны ускоряются. Для этого на сцинтиллятор (3) подается высокое напряжение порядка 12 кВ. Его влияние на электронный зонд экранируется корпусом коллектора. Вследствие ускорения вторичные электроны получают достаточную энергию, чтобы вызвать световое излучение материала сцинтиллятора, которое по световоду (2) попадает на фотоумножитель (4), где преобразуется в электрический сигнал. Мощность этого сигнала и, следовательно, яркость соответствующей точки на экране при использовании вторичных электронов определяется топографическим контрастом.

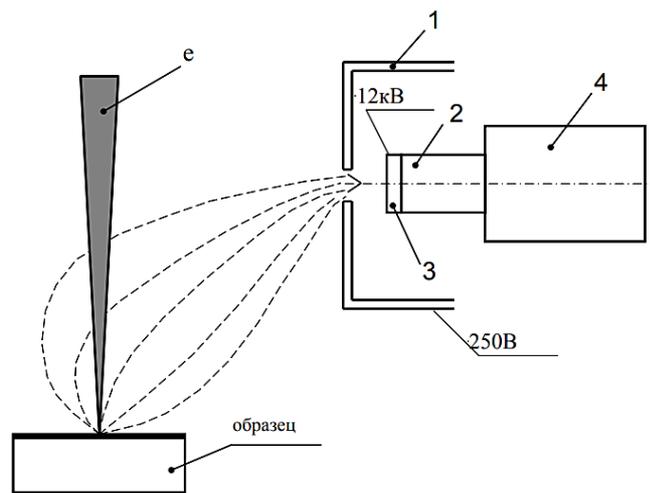


Рисунок 4. – Схема детектора эмитированных электронов Эверхарта-Торнли. 1 – коллектор, 2 – световод, 3 – сцинтиллятор, 4 – фотоумножитель.

Характерная особенность топографического контраста в РЭМ – повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа поверхности образца, вызывается увеличением выхода электронов с этих участков. Большая разрешающая способность РЭМ при работе в режиме регистрации вторичных электронов служит причиной того, что именно он используется при изучении топографии поверхности (поверхность излома, протравленного шлифа и др.). При формировании изображения в режиме детектирования вторичных электронов возможно появление композиционного контраста. Однако он относительно невелик.

Для регистрации отраженных электронов могут использоваться различные типы детекторов, в том числе и детектор Эверхарта-Торнли, но с

некоторым изменением. Это вызвано тем, что отраженные электроны имеют высокую энергию, движутся прямолинейно, не отклоняясь электрическим полем в отличие от вторичных электронов. Поэтому нет необходимости использовать в детекторе высокие напряжения и, следовательно, коллектор. Эффективность сбора отраженных электронов зависит от угла наклона детектора к поверхности генерации электронов и расстояния между ними. Получение изображения в отраженных электронах вызвано тем, что эмиссия этих электронов зависит от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым номером атомов отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют композиционным. Изображение в отраженных электронах позволяет определить количество фаз в материале, наблюдать микроструктуру материала без предварительного травления шлифа и др. Выявление структуры материала становится возможным, поскольку химический состав зерен в многокомпонентных системах отличается от химического состава их границ. В том случае, когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, то дополнительно к композиционному возникает топографический контраст. Для разделения композиционного и топографического контрастов применяют два детектора отраженных электронов Эверхарта-Торнли.

На рисунке 5 приведен пример разделения контрастов. В случае сложения сигналов детекторов D_1 и D_2 усиливается композиционный и устраняется топографический контраст. При вычитании сигналов аннулируется композиционный и усиливается топографический контраст.

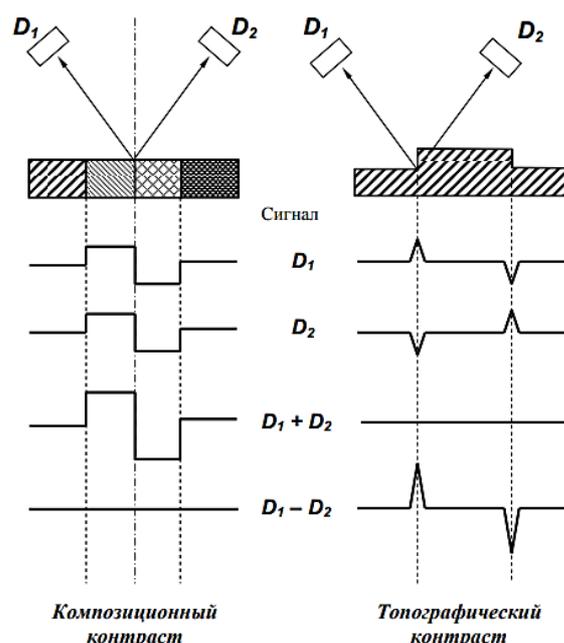


Рисунок 5. – Использование парного детектора (D_1 , D_2) для разделения композиционного и топографического контрастов.

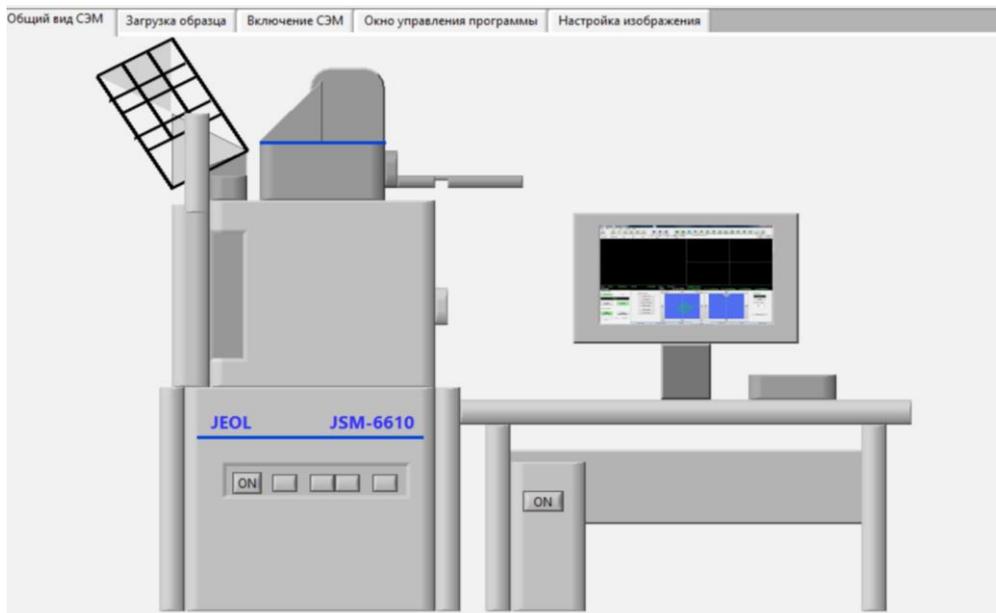
При получении изображения в поглощенных электронах сигналом служит ток поглощенных электронов, который равен току первичных электронов за вычетом тока отраженных и вторичных электронов. В итоге он зависит от количества эмитированных отраженных и вторичных электронов.

На РЭМ могут исследоваться как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию в РЭМ в общем осуществляется так же как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритами камеры микроскопа. Образцы должны быть электропроводящими. Для обеспечения их хорошего электрического контакта с предметным столиком и для фиксации образцов при наклоне стола используют специальные токопроводящие клеи. При исследовании непроводящих ток материалов – диэлектриков на их поверхность наносится напылением тонкая пленка

электропроводников - золото, графит и т.д. При работе с органическими материалами нужно учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение. Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

Ход работы:

1) В окне «Общий вид» нажмите кнопку «On» на электронном микроскопе (рис. 6). Установить переключатель в распределительном щитке в положение ON. Включить подачу охлаждающей жидкости (включение кулера).



2)

Рисунок 6. - Общий вид СЭМ

В окне «Включение СЭМ» переведите ключ на старт «start» (рис. 7). Установить ключевой переключатель MAIN POWER на главной панели управления в положение ON. Вставить ключ, повернуть его в положение START. Убрать руки. Ключ вернется в положение ON.

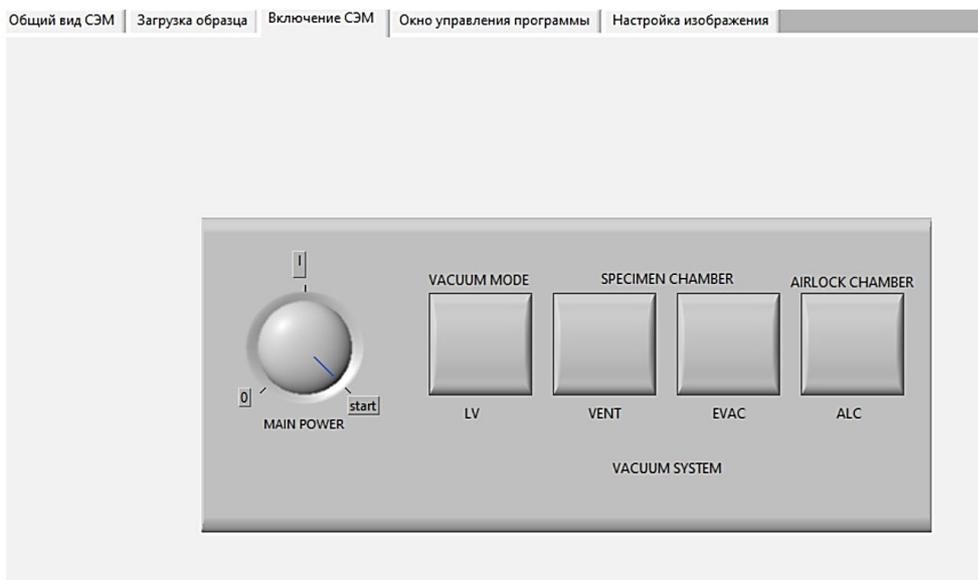


Рисунок 7. - Окно включения СЭМ

3) В окне «Общий вид СЭМ» подождать 5-10 секунд, затем включить компьютер, нажав кнопку «On». Через 10 сек включить питание периферийных устройств. Включить компьютер. На рабочем столе Windows выбрать программу JEOL SEM. Войти под необходимым именем пользователя в систему. Примерно через 20 минут можно начать наблюдение изображения. В окне «Включение СЭМ» нажмите кнопку «VENT».

Данное действие запускает в камеру воздух.

4) Нажмите кнопку «Загрузить образец» в окне «Загрузка образца» (рис.8). Подготовить образец. Поместить образец на подставку для образцов. Выбрать держатель и поместить на него подставки с образцами. Установить держатель с образцами на рычаг в шлюзе. Закрыть шлюз.

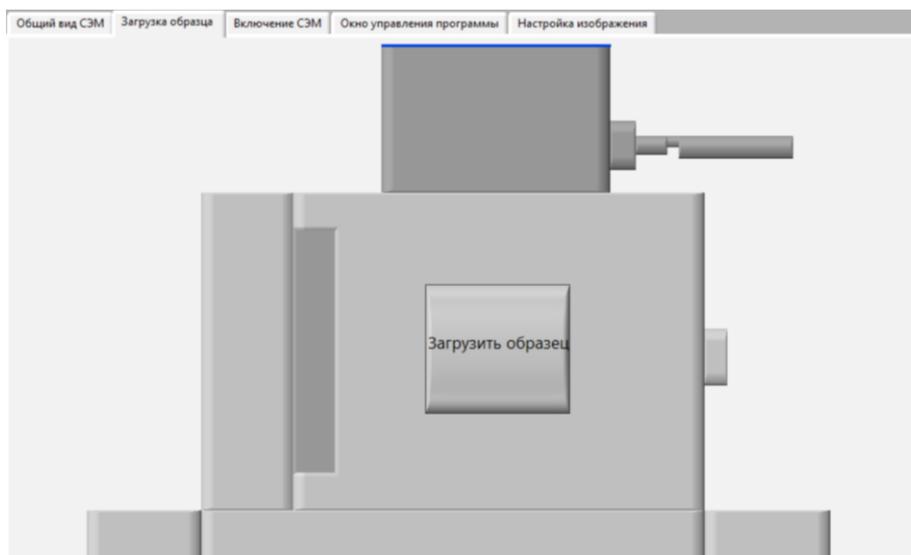


Рисунок 8. - Окно загрузки образца

5) *Нажмите кнопку «EVAC» в окне «Включение СЭМ».* Нажатием данной кнопки мы откачиваем воздух из камеры и создаём вакуум. Давление в камере образца может изменяться от 1 Па до 270 Па при постоянном диаметре отверстия трубки. В области нахождения электронной пушки и электронной оптики постоянно поддерживается режим высокого вакуума.

6) *В окне «Настройка изображения» передвиньте контроллеры контраста «contrast» и яркости «brightness» на нужное значение (рис.9) .* Настройка контраста и яркости производится кнопками Contrast и Brightness на кнопках настройки изображения, либо вращением ручек на пульте оператора.

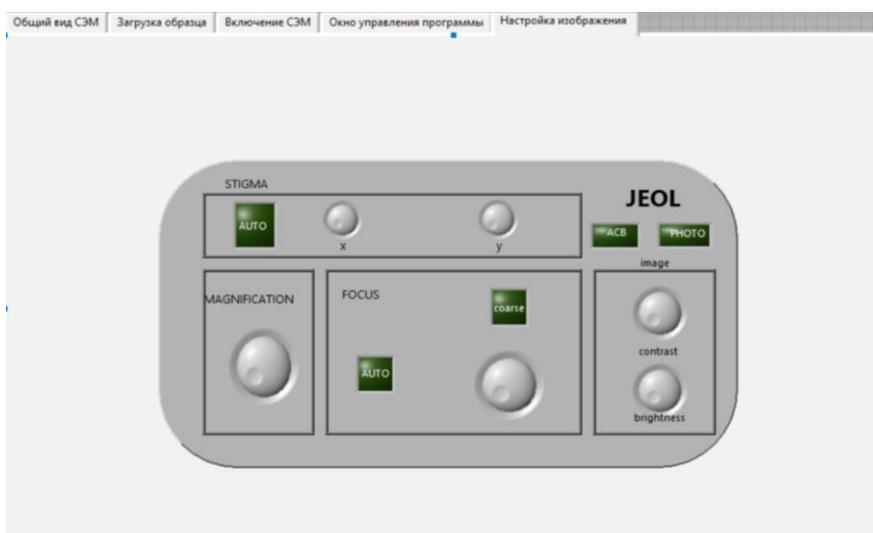


Рисунок 9. – Окно настройки изображения

7) В окне управления программой в графе «Producing height» задайте значения от 100 до 150 (рис.10). Этим мы задаём величину сканирования изображения.

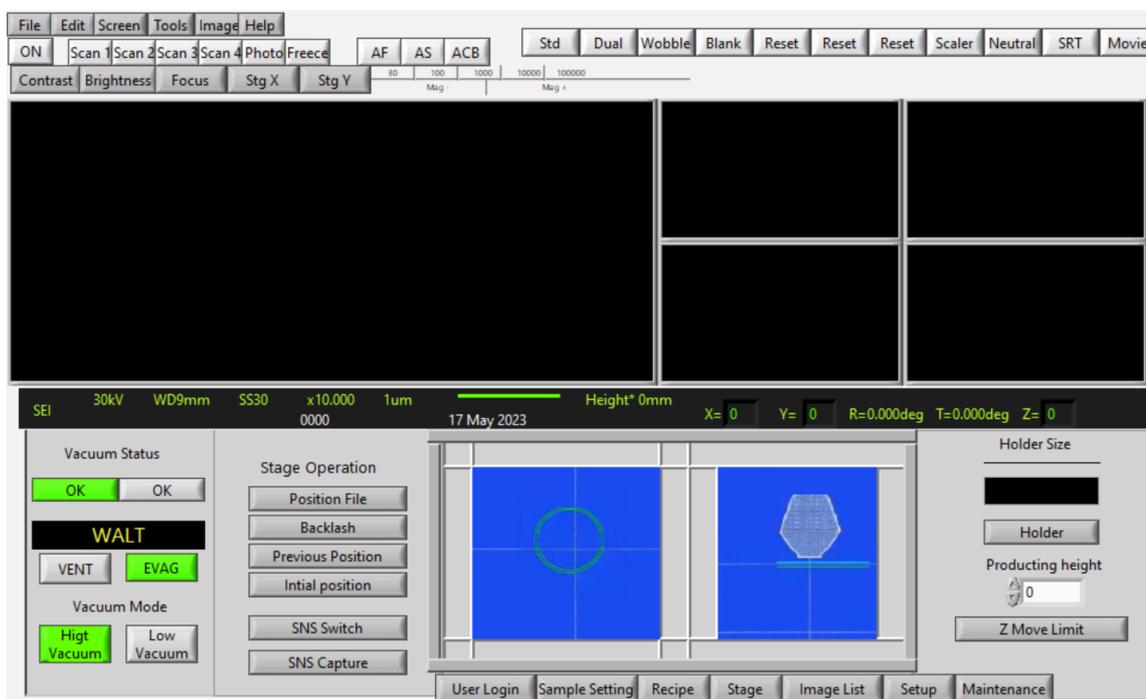


Рисунок 10. – Окно управления программой

8) Настройте автоматическую яркость и контрастность включением кнопки «АСВ» в окне настройки изображения (рис.11). Автоматическая яркость и контрастность позволяет упростить работу.

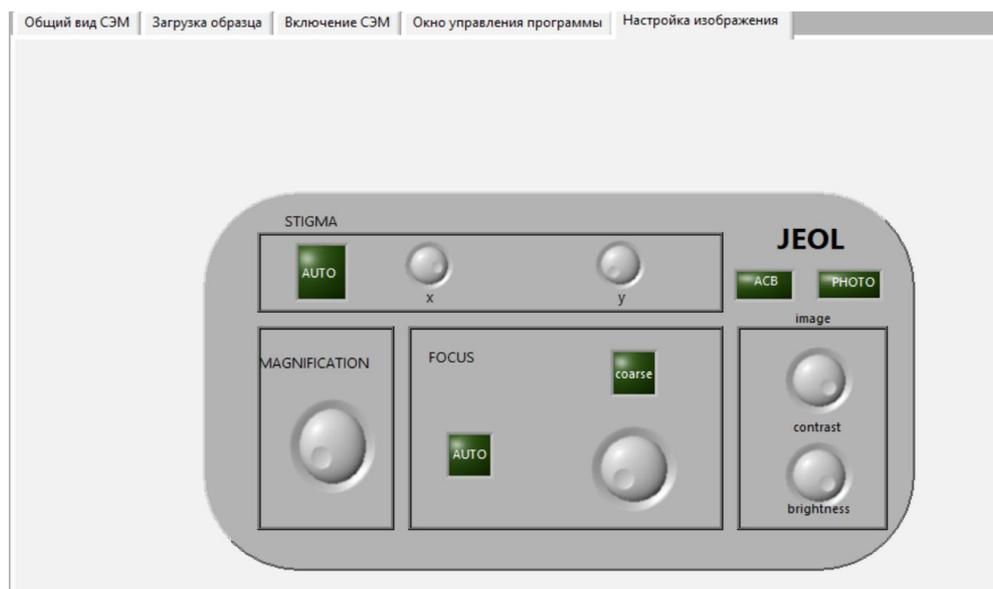


Рисунок 11. – Окно настройки изображения

9) Чтобы настроить фокус нажмите кнопку «Coarse» в настройках изображения. Настройка фокуса осуществляется при нажатой кнопке и правой кнопке мыши перемещением курсора по изображению либо с помощью вращения ручки фокус на пульте оператора.

10) Необходимо улучшить изображение образца ручками «X» и «Y» на панели «Настройка изображения». Если в условиях высокого увеличения (x10000) изображение выглядит размытым, необходимо сделать коррекцию астигматизма. Астигматизм корректируется при предварительной фокусировке с помощью ручек на пульте оператора.

11) Для получения изображения нажать кнопку «PHOTO» (рис.12).Данным действие мы делаем снимок полученного изображения.

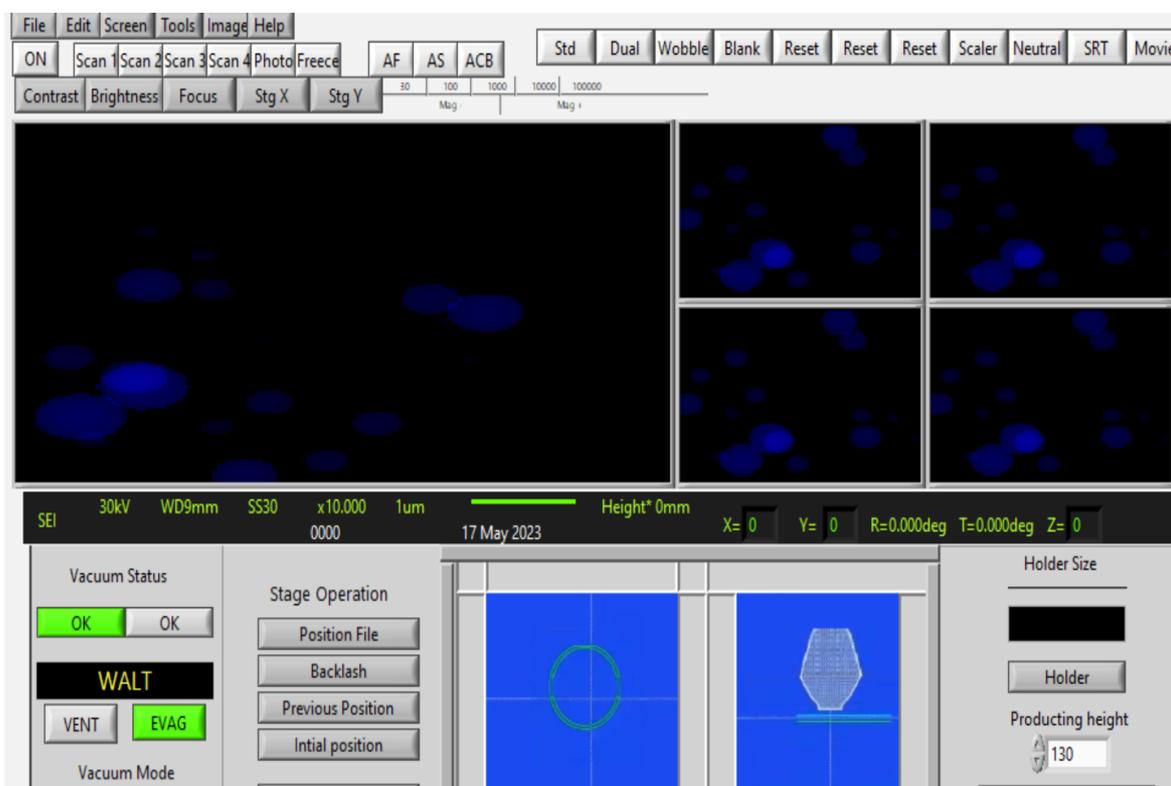


Рисунок 12. – Полученное изображение

Двигая изображение на двух синих экранах, мы можем менять положение столика в камере. Перемещение по изображению возможно:

- перемещением по горизонтальным осям;
- перемещением в центр изображения;
- перетаскиванием изображения левой кнопкой мыши;

-перемещением по вертикали, наклон, вращение.

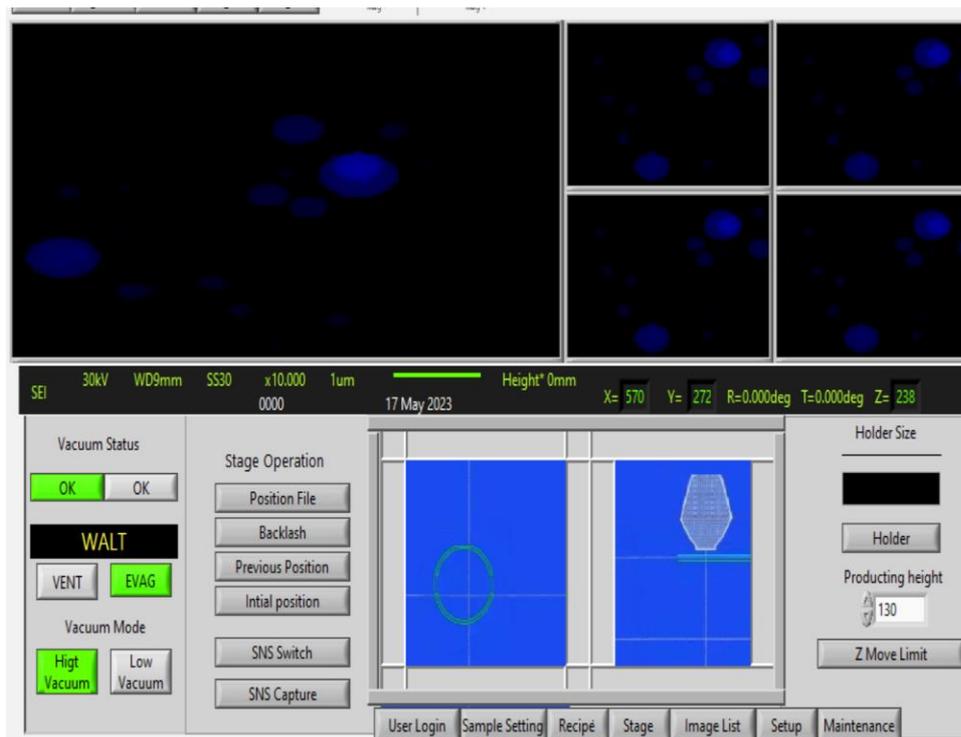


Рисунок 13. – Регулировка положения столика

12) На экране управления программы нажимаем кнопку «VENT».

Этим действием мы обратно запускаем в камеру воздух, чтобы образец можно было изъять.

13) Сформулируйте вывод.

Контрольные вопросы:

1. Принцип работы РЭМ?
2. Виды излучения, возникающие при взаимодействии электронного пучка с веществом?
3. Энергии и глубина выхода вторичных электронов? Какого типа контраст получается при их регистрации?
4. Устройство детектора вторичных электронов Эверхарта-Торнли?
5. Объекты исследования РЭМ?

Рекомендуемая литература:

1. Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий: методы и применение : [Электронный ресурс] : монография / пер. К. И. Домкин. - 3-е изд. - Москва : Лаборатория знаний, 2017. - 601 с. - URL:

<http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=462149>. - ISBN 978-5-00101-478-2
: Б. ц.

2. Рид, С. Дж. Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии / пер. с англ.: Д. Б. Петрова, И. М. Романенко, В. А. Ревенко. - М. : Техносфера, 2008. - 232 с. : цв. вклейки. - (Мир наук о земле). - ISBN 978-5-94836-1 77-2 : 351.00 р. - Текст : непосредственный.

3. Пул, - мл. Ч. Нанотехнологии : учебное пособие / пер. с англ. под ред. Ю. И. Головина. - 4-е изд., испр. и доп. - М. : Техносфера, 2009. - 336 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 978-5-94836-2 01-4 : 230.00 р. - Текст : непосредственный.

4. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля : учебное пособие / пер. с англ. под ред. С. Л. Баженова, с доп. О. В. Егоровой. - М. : Техносфера, 2006. - 384 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 5-94836-018-0 : 125.00 р. - Текст : непосредственный.

5. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ в примерах практического применения : учебное пособие / авт., ред. М. М. Криштал [и др.]. - Москва : Техносфера, 2009. - 206 с. с. : ил., цв. ил. ; 21 см. - (Мир физики и техники ; II, 15). - Библиогр. в конце гл. - ISBN 978-5-94836-200-7 : 375.17 р. - Текст : непосредственный.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4
ЗАМЕНА КАТОДА НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ
МИКРОСКОПЕ

Цель работы: познакомиться с одним из методов обслуживания растрового электронного микроскопа, освоить замену катода и чистку цилиндра Венельта с применением цифрового двойника.

Оборудование: цифровой двойник сканирующего электронного микроскопа JEOL 6610LV.

Теоретические сведения.

Классическая конструкция электронной пушки – триод (рис. 1), использующий термоэлектронную эмиссию (испускание электронов нагретыми телами), представляет собой нагретую вольфрамовую нить. Диаметр V-образной вольфрамовой нити 0,1 мм для локализации эмиссии электронов с заостренного конца. Под воздействием проходящего тока нить нагревается до примерно 2700-2800 К и испускает электроны.

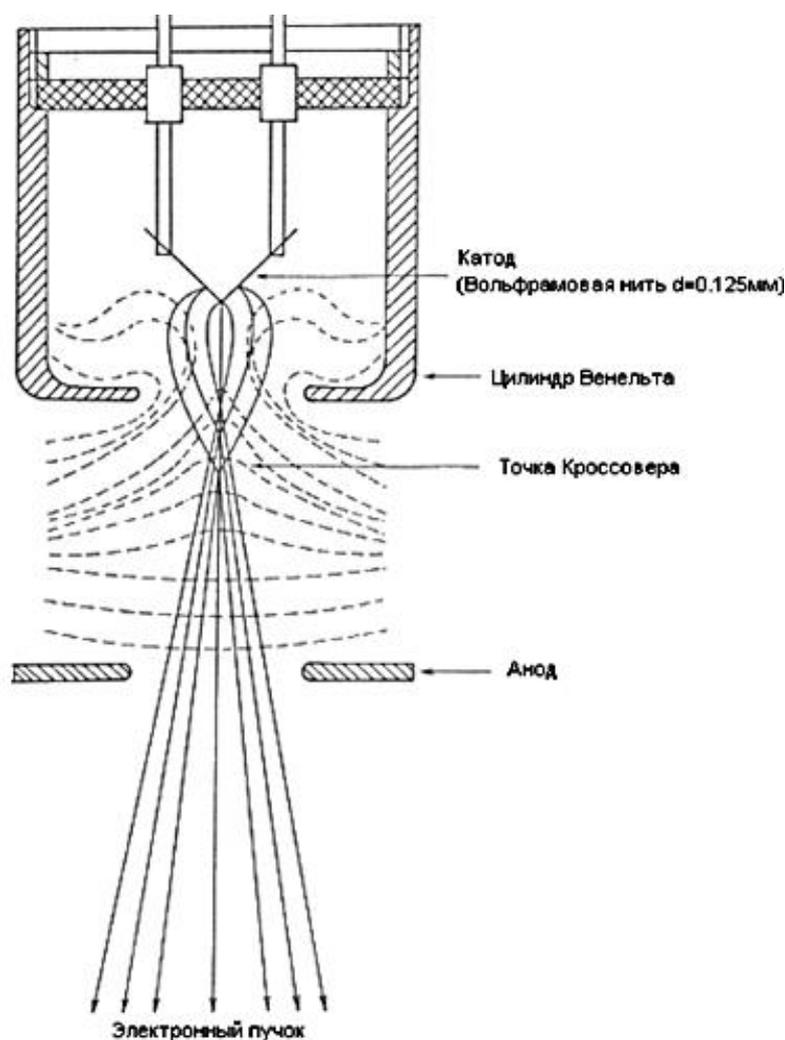


Рисунок 1. – Классическая конструкция электронной пушки – триод

Ток эмиссии регулируется с помощью цилиндра Венельта, окружающего нить накала, а анод ускоряет пучок электронов до заданного потенциала. На цилиндр Венельта подается напряжение смещения от -200 до -300 В по отношению к катоду. Электроны отклоняются силой, нормальной к эквипотенциальным поверхностям, и выталкиваются из зоны отрицательного потенциала цилиндра Венельта.

Таким образом, первая часть пушки соответствует сильной собирающей линзе, а ускоряющая зона вокруг анода с диафрагмой – рассеивающей линзе. Электроны эмитируются с каждой точки кончика нити и характеризуются максвелловским распределением по скоростям. Исходящие из различных точек катода элементарные пучки скрещиваются и образуют сечение с минимальной площадью – кроссовер. Поскольку пучок

электронов исходит из каждой точки кроссовера, то кроссовер удобно рассматривать как мнимый источник электронов.

Зависимость тока зонда от тока накала нити нелинейна. Выше некоторого значения тока накала ток зонда начинает быстро расти, достигая насыщения (рис. 2). Положение точки насыщения определяется и выставляется при юстировке прибора. Увеличение тока накала выше этого значения приводит лишь к сокращению срока службы нити катода и нестабильности тока пучка. В дальнейшем электроны проходят через анод и попадают под действие электромагнитных линз.

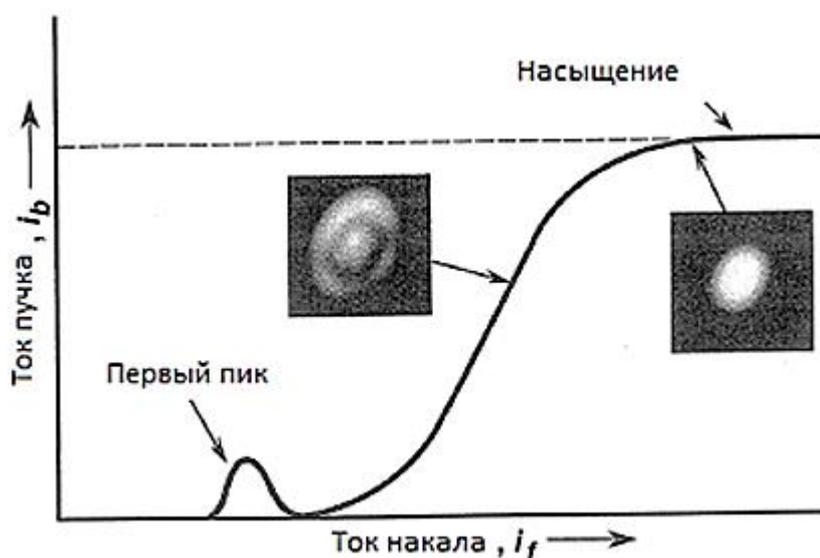


Рисунок 2. – Зависимость тока зонда от тока накала катода

Разобранный вариант термокатода представлен на рисунке 3, а.

Катод из гексаборида лантана (LaB_6) (рисунок 3, б) имеет значительно меньшую работу выхода электронов, чем обычный W, поэтому обладает более высокой плотностью тока (на порядок примерно) при более низкой температуре катода (1900 K). Катоды из гексаборида лантана спекают в виде небольших стержней длиной до 2 см. Во избежание загрязнения вакуум в области такой пушки должен быть на порядок выше, чем у обычной. Срок службы таких катодов больше, чем у обычных, порядка 500 часов, диаметр зонда 10-20 мкм.

У термоионных катодов низкая яркость, большой размер источника электронов, отсюда низкое пространственное разрешение, относительно малое время жизни. Этих минусов лишены катоды, работа которых основана на явлении полевой эмиссии (FE) (рисунок 3, в). Электроны вырываются сильным электромагнитным полем с очень тонкого кончика - порядка 10 нм. Под действием этого поля острие излучает электроны в вакуум благодаря туннельному эффекту (холодная эмиссия).

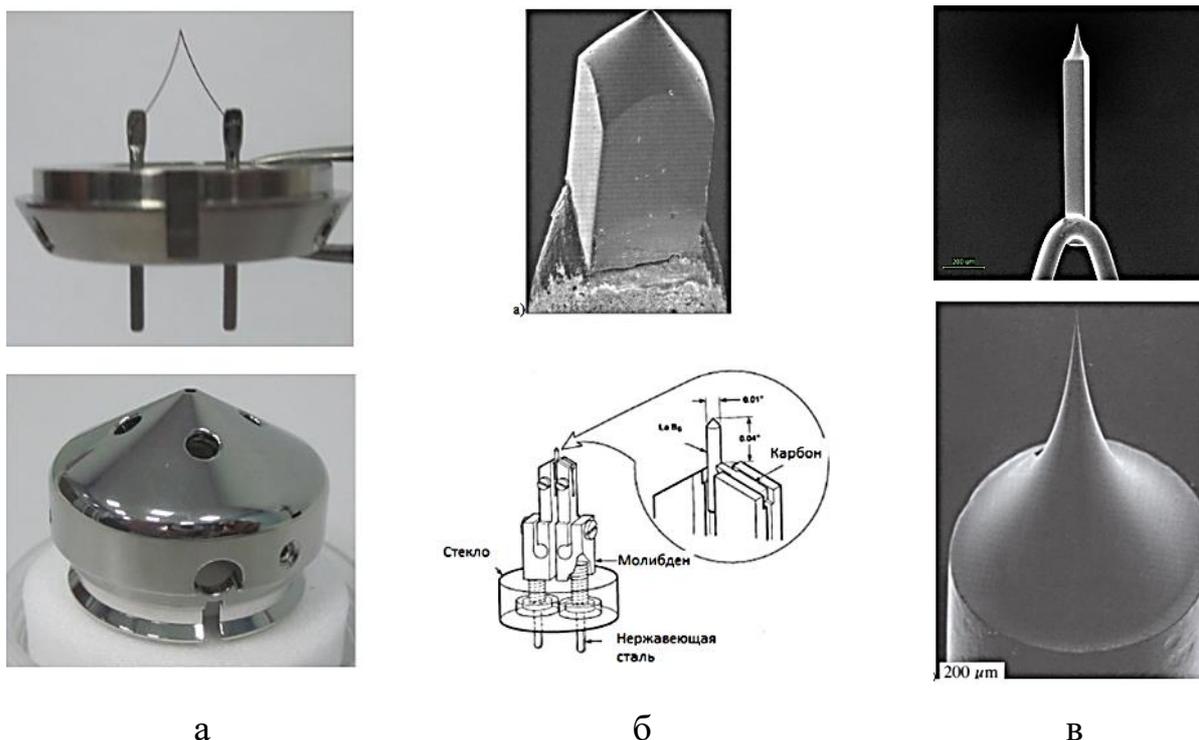


Рисунок 3. – Составные части катодного узла современного РЭМ: катод с вольфрамовой нитью и цилиндр Венельта (а); электронное изображение катод из гексаборида лантана и схема его крепления (б); катод, работающий на эффекте полевой эмиссии и электронное изображение его кончика (в)

Эти катоды работают при комнатной температуре. Дают высокое пространственное разрешение, сопоставимое с диаметром кончика катода. Обладают высокой яркостью, но требует к себе еще большего вакуума

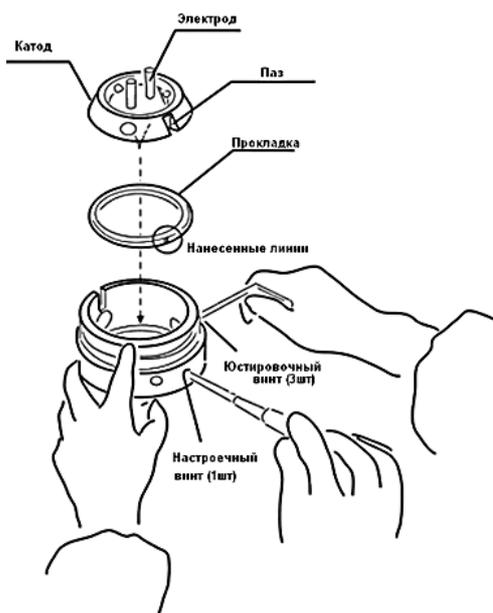
Плюсы и минусы катодов:

- W катод простой и недорогой.

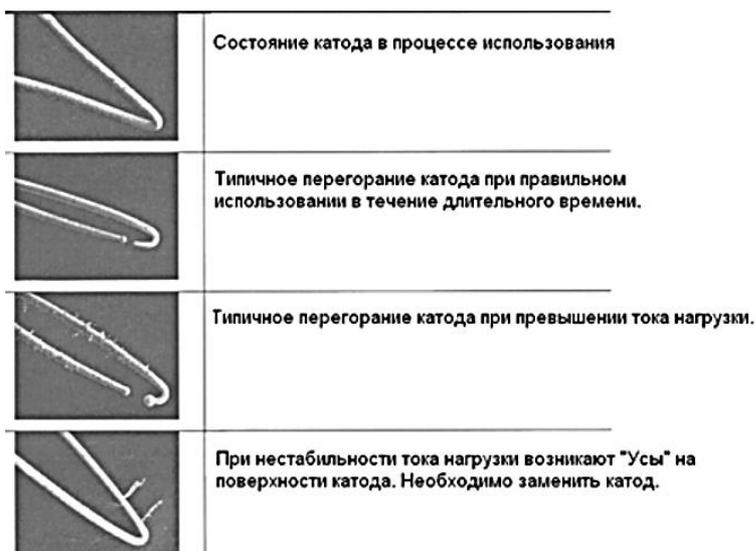
- LaB₆ катод дает большую яркость, чем W катод (примерно в 10 раз), благодаря пониженной работе выхода, но стоит дороже и требует повышенного вакуума.
- FE дает большую яркость, чем катод с термоэлектронной эмиссией, создает более монохроматичный и тонкий пучок электронов (улучшает пространственное разрешение), рабочая температура намного ниже, чем у катода с термоэлектронной эмиссией, требует значительно более высокого вакуума и более дорогой.

Основным недостатком вольфрамовых катодов является малая продолжительность службы (несколько месяцев). Если катод сгорел во время работы и Вам необходимо заменить его срочно, перед заменой катода необходимо дать ему остыть в течение часа. Во вкладке обслуживание выбрать *замена катода*, в пошаговом меню выбрать *напуск воздуха в пушку*.

Снять верх колонны микроскопа, освободив доступ к электронной пушке. Открыть электронную пушку, извлечь Венельт с помощью устройства извлечения Венельта. Закрыть электронную пушку. Разобрать Венельт, почистить, собрать (рис. 4, а). Проверить катод. Состояние катода может быть различным (рис. 4, б). При работе с катодом на внутренней стороне цилиндра Венельта оседают мелкие частицы сгоревшего W, образуя слой коричневого или синего цвета. От этого слоя необходимо избавиться при помощи чистящих паст. Промывать следует этиловым спиртом или эфиром. После чистки цилиндр Венельта центровку катода относительно цилиндра Венельта контролировать с помощью оптического микроскопа.



а



б

Рисунок 4. – Разборка цилиндра Венельта (а); состояние поверхности катода в зависимости от режимов его эксплуатации (б)

Ход работы:

1) Чтобы провести операцию по замене катода необходимо во всплывающем окне после проведения работы нажать кнопку «обслуживание».

Обслуживание катода необходимо для сохранения исправности работоспособности микроскопа.

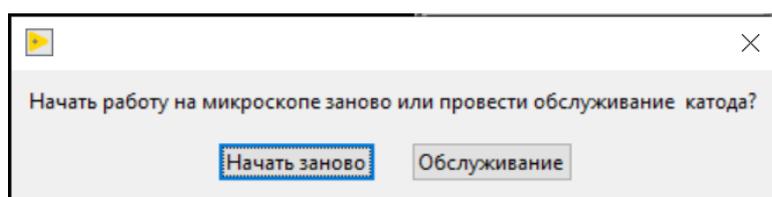


Рисунок 5. – Окно начала замены катода

2) На панели «электронная колонна» снять пластиковый чехол с верхней части электронной колонны и откинуть катодный узел, нажав кнопку «Откинуть катодный узел».

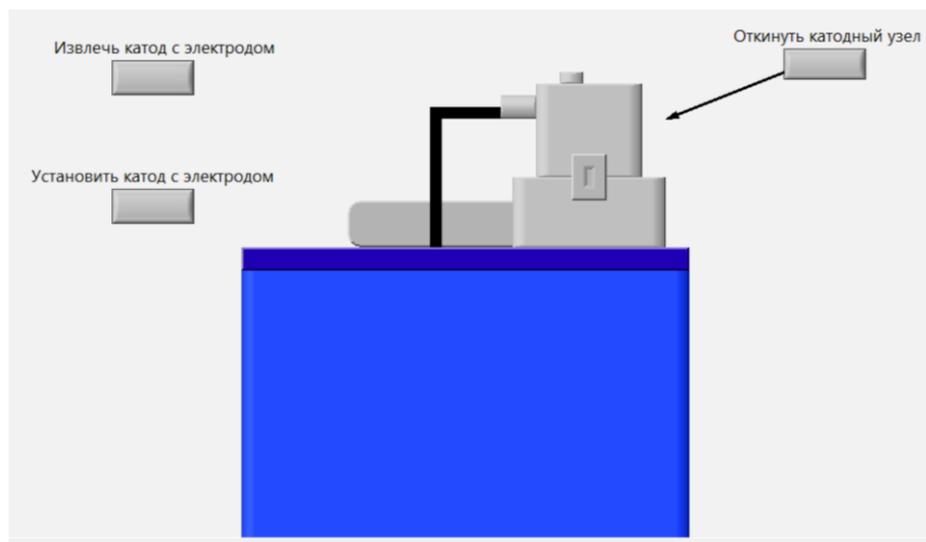


Рисунок 6. – Окно «Электронная колонна»

3) *Откинуть катод с электродом Венельта с посадочного места кнопкой «Извлечь катод с электродом».*

4) *На панели «Катод и электрод» выкрутить три крепежных винта, воспользовавшись кнопкой «Выкрутить крепежные винты»*

Выкрутить три крепежных винта катода при помощи шестигранника и один ориентационный винт отверткой.



Рисунок 7. – Окно «катод и электрод»

5) *Извлечь катод из корпуса электрода Венельта, нажав одноимённую кнопку.*

Перед извлечением необходимо запомнить изначальное положение.

6) *Провести очистку катода, нажав кнопку «Прочистка катода» в окне «Катод и электрод».*

При помощи абразивной пасты (с размером частиц менее 1 мкм) и ватной палочки почистить отверстия электрода Венельта.

После прочистки бензином необходимо проконтролировать качество очистки электрода Венельта с помощью оптического микроскопа.

На третьем этапе необходимо сделать прочистку изопропиловым спиртом
Четвертый этап – прочистка гексаном.

Необходимо проконтролировать качество очистки электрода Венельта с помощью оптического микроскопа.

7) *Установить новый катод в корпус электрода Венельта соответствующей кнопкой.*

Аккуратно установить катод в корпус электрода Венельта согласно ориентационному винту.

8) *Закрутить крепёжные винты.*

Закрутить ориентационный винт; равномерно подкрутить три крепежных винта; проконтролировать при помощи регулировочных винтов центральное положение вершины вольфрамового волоска катода относительно центра отверстия электрода Венельта.

9) *Установить катод в катодный узел на панели «Электронная колонна» кнопкой «Установить катод с электродом».*

Установить катод в катодный узел; опустить катодный узел на корпус электронной колонны.

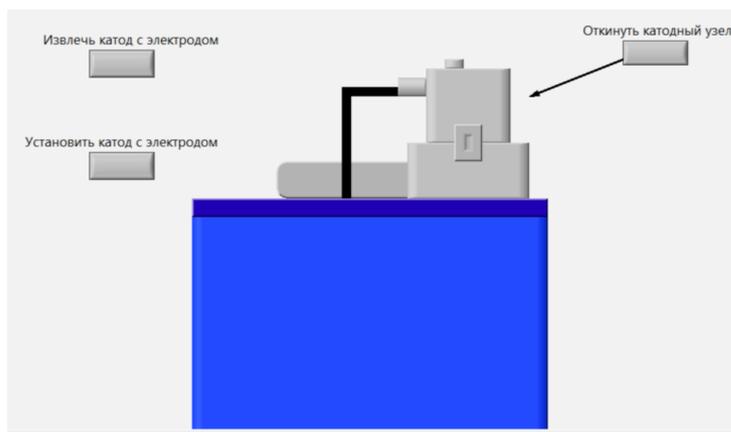


Рисунок 8. – Окно «электронная колонна»

10) Сформулируйте вывод.

Контрольные вопросы:

- 1) Конструкция электронной пушки – триод?
- 2) Зависимость тока зонда от тока накала катода?
- 3) Составные части катодного узла современного РЭМ?
- 4) Плюсы и минусы катодов?
- 5) Последовательность действий при замене катода?
- 6) Состояние поверхности катода в зависимости от режимов его эксплуатации?

Рекомендуемая литература:

1. Методы структурных исследований материалов. Методы микроскопии [Электронный ресурс]: учебное пособие / Э. Ф. Вознесенский, Ф. С. Шарифуллин, И. Ш. Абдуллин. - Казань : Издательство КНИТУ, 2014. - 184 с. // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=428294>

2. Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий: методы и применение [Электронный ресурс]: учебное пособие / Уэйли Жу, Жонг Лин Уанга, пер. К.И. Домкин. - Москва : Лаборатория знаний, 2017. - 601 с. // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=462149>

3. Методы получения и исследования наноматериалов и наноструктур: лабораторный практикум по нанотехнологиям [Электронный ресурс]:

учебное пособие / под ред. А.С. Сигова. - Москва : Лаборатория знаний, 2017. - 187 с. // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=462142>

4. Кузнецов, Н.Т. Основы нанотехнологии [Электронный ресурс]: учебное пособие / Н.Т. Кузнецов, В.М. Новоторцев, В.А. Жабрев, В.И. Марголин. - Москва : Лаборатория знаний, 2017.

- 400 с. - ISBN 978-5-00101-476-8 // Режим доступа – <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=462147>

5. Справочник по микроскопии для нанотехнологии [Текст] : пер. с англ. / под ред. Нан Яо, Чжун Лин Ван ; науч. ред. И. В. Яминский. - М. : Научный мир, 2011. - 712 с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5
ПРАКТИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ РАБОТЫ НА
ПРОСВЕЧИВАЮЩЕМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ С
ПРИМЕНЕНИЕМ ВИРТУАЛЬНОЙ МОДЕЛИ

Цель работы: получение навыков работы на просвечивающем электронном микроскопе с применением цифрового двойника.

Оборудование: цифровой двойник прибора Zeiss Libra-120.

Теоретические сведения.

Первый просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) был сконструирован в 1931 г. В просвечивающем электронном микроскопе изображение создается за счет различного рассеяния электронов, прошедших через объект. Толщина образцов при исследовании на ПЭМ обычно не превышает 20-30 нм. В зависимости от конструкции и решаемых задач, современные ПЭМ разделяются на две большие группы:

- низкосиловые - с ускоряющим напряжением до 100 кВ;
- высокосиловые - с ускоряющим напряжением свыше 100 кВ.

Появление высокосиловых микроскопов позволило разработать методы дифракции электронов высоких (HEED) и низких (LEED) энергий.

Главными узлами просвечивающего электронного микроскопа являются:

1. Электронно-оптическая система, которая служит для получения увеличенных изображений объекта;
2. Система электропитания, которая обеспечивает работу всех узлов электронного микроскопа;
3. Вакуумная система, служащая для создания рабочего вакуума в колонне, чтобы поток электронов не рассеивался от взаимодействия с молекулами воздуха;
4. Система регистрации изображения.

Принципиальная оптическая схема электронного микроскопа представлена на рисунке 1.

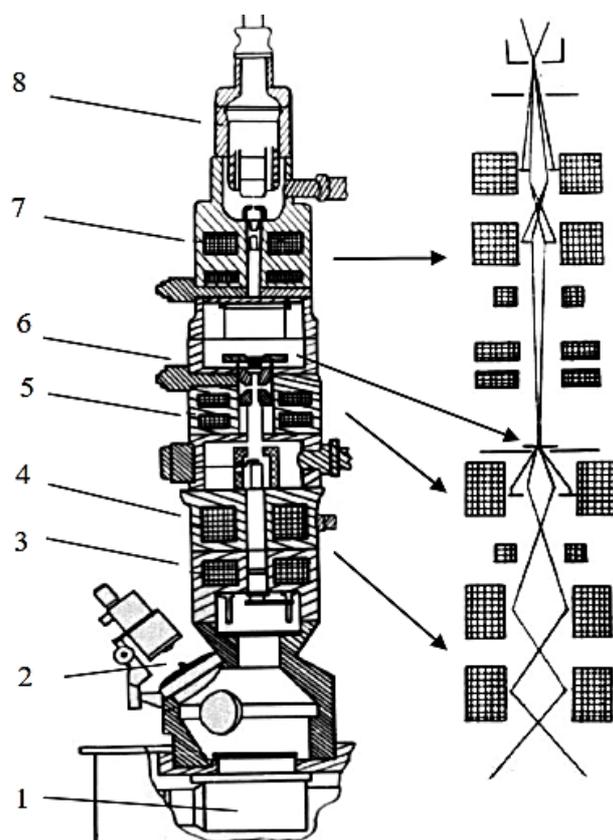


Рисунок 1.— Схема устройства и оптическая схема ПЭМ: 1 – блок регистрации изображений; 2 – окно наблюдения с оптическим микроскопом; 3 – проекционная линза; 4 – промежуточная линза; 5 – объективная линза; 6 – образец 7 – блок конденсорной линзы; 8 – электронная пушка

Колонна микроскопа включает в себя источник электронов (электронную пушку) и систему линз - конденсорную (6), объективную (5), промежуточную (4) и проекционную (3), которые регулируют освещение объекта и формируют его увеличенное изображение. Блок конденсорных линз предназначен для фокусировки электронного пучка на объекте. Электроны, прошедшие через образец, собираются объективной линзой, которая снабжена диафрагмой размером 0,03-0,06 мм и формирует первичное увеличенное изображение. Проекционный блок микроскопа состоит из промежуточной и проекционной линз и предназначен для формирования конечного увеличенного изображения на экране. Конечное увеличение изображения равно произведению увеличений всех трех линз и достигает в

современных электронных микроскопах 800000. Имеется также возможность перехода к режиму работы при малых увеличениях ~ 400 . Для проверки увеличений и их градуировки существует несколько способов, наиболее распространенным является способ тест-объектов.

Сформированное линзами изображение можно наблюдать на экране и фотографировать в цифровом виде. Электронным линзам, как и оптическим, свойственны aberrации, которые искажают изображение и ухудшают его качество. От настройки линз зависят главные показатели работы микроскопа – разрешающая способность и увеличение.

Разрешающая способность или предельное разрешение является основным параметром прибора. Под предельным разрешением понимают минимальное расстояние между двумя точками объекта, при котором их еще можно видеть раздельно на сформированном в микроскопе изображении. Исходя из волновой природы электронов, по аналогии со световой оптикой, оно определяется формулой:

$$d = 0,61\lambda/\sin\alpha,$$

где d - разрешаемое расстояние,

λ - длина волны электронов,

α - апертура объекта.

Разрешающая способность - это величина, обратная разрешаемому расстоянию; т.е. высокая разрешающая способность соответствует очень малому разрешаемому расстоянию.

Специальные устройства, которыми оснащены современные электронные микроскопы, позволяют проводить дополнительные исследования и более эффективно обрабатывать полученные данные.

Приспособление для охлаждения. В процессе работы электронного микроскопа его внутренние поверхности, диафрагмы, полюсные наконечники и сам образец могут покрываться загрязняющим слоем, который существенно ограничивает разрешение прибора. Одним из способов уменьшения загрязнения является охлаждение пространства вокруг образца и

поверхности камеры. Охлаждение камеры осуществляется жидким азотом. Установлено, что при температуре около -800 загрязнение образца прекращается. Это позволяет, кроме того, исследовать материалы, чувствительные к нагреву.

В ПЭМ могут быть проведены опыты по нагреванию объектов. Можно использовать эффект непосредственного нагрева объекта под действием электронного пучка. Приставка предназначена в основном для опытов по отжигу тонких пленок. Наиболее важные проблемы, решаемые таким способом, связаны с историей изменения горных пород после кристаллизации минералов и определением таких параметров, как скорость охлаждения магматических пород, время и температура закалки, температура фазовых переходов.

Для изучения образцов при их растяжении стандартный держатель ПЭМ заменяется приспособлением, в котором образец закрепляется при помощи подвижных зажимов. Растяжение объекта происходит в результате поворота зажимов из-за деформации биметаллических пластин при их нагреве электрическим током. Относительное удлинение составляет 15%. Устройство применяют для исследования тонких срезов и других пленочных объектов, для изучения деформаций и дислокаций.

Во многих случаях при кристаллографических исследованиях, возникает необходимость в изменении ориентировки объекта по отношению и электронному пучку. Для этого используется гониометрическая приставка с механизмом наклона и вращения, которая устанавливается на место столика образцов. Она обеспечивает плавный и постепенный поворот образца на 360° вокруг оси, параллельной оси микроскопа и перпендикулярной плоскости объекта, и наклон его на угол ~ 150 относительно оси, лежащей в плоскости объекта.

Формирование изображения и микродифракционных картин

Пучок электронов при прохождении через образец будет претерпевать рассеяние. С помощью рассеянных электронов в микроскопе формируется

электронно-оптическое изображение объекта. Вследствие неоднородности образца его разные участки будут неодинаково рассеивать электроны. Более толстые или более плотные участки образца будут рассеивать электроны сильнее, чем более тонкие или менее плотные. Существует несколько различных способов получения и наблюдения изображений в просвечивающем электронном микроскопе.

1. Светлопольное изображение получают, когда диафрагма объективной линзы задерживает наиболее рассеянные, т.е. сильно отклоненные электроны (рис.2, а). В этом случае наименьшая плотность потока электронов будет в местах, соответствующих наиболее рассеивающим, т.е. наиболее плотным или толстым деталям объекта. Яркость изображения зависит от количества электронов, попавших на экран, поэтому толстые и плотные участки образца будут на изображении более темными и, наоборот, менее рассеивающие детали препарата отобразятся на экране более светлыми участками. Обычно препараты для электронно-микроскопических исследований помещают на тонкие поддерживающие пленки, значительно слабее рассеивающие электроны, чем частицы объекта, и в результате на светлом фоне получается более темное изображение объекта. Различие яркости отдельных участков объекта определяет контраст изображения. Он будет тем больше, т.е. лучше будут выявляться мелкие детали в изображении объекта, чем больше различие в плотности и толщине различных элементов объекта, чем меньше размер диафрагмы и меньше ускоряющее напряжение, так как с увеличением энергии пучка увеличивается скорость электронов и уменьшается их рассеяние.

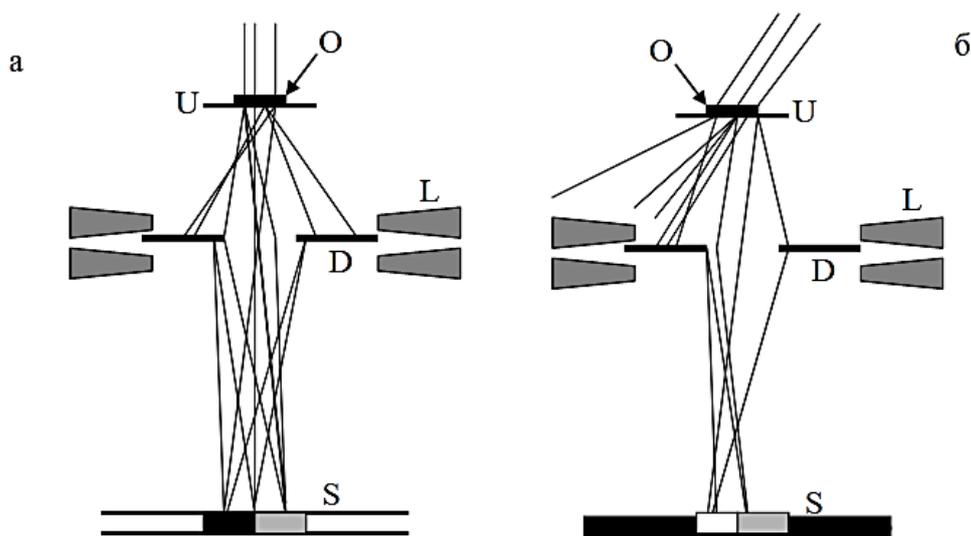


Рисунок 2. – Получение светлопольного (а) и темнопольного (б) изображений в ПЭМ: О – объект; U – пленка-подложка; L – объективная линза; D – апертурная диафрагма; S – экран (Кельман, 1968).

2. Темнопольное изображение получается в том случае, когда электронный пучок направляется на образец под некоторым углом, таким образом, чтобы не отклоненные электроны целиком задерживались диафрагмой, а через ее отверстие проходили и участвовали в создании изображения только электроны, испытавшие достаточно сильное рассеяние в объекте (рис. 2, б). В этом случае участки наиболее плотные и толстые будут на экране наиболее яркими, а слабо рассеивающие детали – более темными. Помимо наклона осветительной системы при формировании темнопольного изображения иногда используют смещение апертурной диафрагмы в сторону от центрального положения. Темнопольное изображение по сравнению со светлопольным обычно более контрастно, но разрешение при этом несколько хуже, так как в формировании изображения принимают участие электроны, прошедшие периферийную область объективной линзы, т.е. рассеянные на большие углы и с относительно большим разбросом энергий. В результате увеличения хроматической и сферической aberrаций линз ухудшается разрешающая способность.

Хроматическая aberrация возникает вследствие различной энергии электронов в пучке и, следовательно, различной скорости электронов. При

прохождении через линзы электроны с различными скоростями сфокусируются в разных точках (рис. 3,а): более медленные электроны будут преломляться сильнее, а более быстрые – слабее.

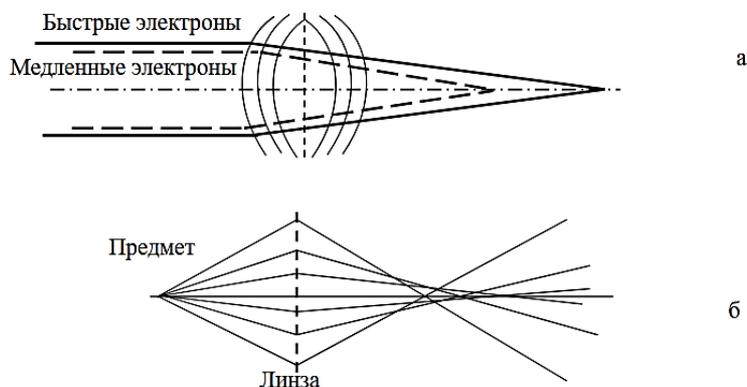


Рисунок 3. – Схема образования хроматической (а) и сферической (б) aberrаций в электронных линзах.

Сферическая aberrация обусловлена недостатками самой линзы. Электроны, выходящие из точечного источника расходящимся пучком под разными углами к оптической оси линзы, преломляются не одинаково. Электроны, движущиеся по удаленным от оптической оси траекториям, фокусируются сильнее, чем электроны, проходящие вблизи оптической оси (рис. 3, б). Влияние обоих эффектов приводит к «размытию» изображения.

Так как электроны обладают волновыми свойствами, то при прохождении через кристаллическую решетку они будут дифрагировать. Явление дифракции электронов в кристаллах положено в основу метода электронографии. Дифракция электронов в кристаллах имеет ряд особенностей, которые связаны, прежде всего, с малыми длинами волн электронных лучей и их сильным рассеянием атомами решетки. В результате этого верхний предельный размер кристаллических частиц, дающих картину электронной дифракции, составляет всего $10^3 - 10^2 \text{ \AA}$, тогда как для рентгеновских лучей эта величина составляет 10^4 \AA . Этим методом можно изучать высокодисперсные вещества, являющиеся рентгеноаморфными, но дающие рефлексы на электронограммах, так как длина волны электронов на два порядка меньше, чем у рентгеновского излучения. Кроме того, этим

методом можно изучать тончайшие слои вещества (толщиной 20 - 4000 Å), что также недоступно методам рентгеноструктурного анализа. Конструкция ПЭМ позволяет получить микродифракционную картину вместе с изображением формы изучаемых частиц. Переход от наблюдения изображения образцов к наблюдению микродифракции осуществляется путем изменения фокусного расстояния промежуточной линзы. Если увеличить фокусное расстояние промежуточной линзы, т.е. уменьшить ее оптическую силу, то в случае отсутствия апертурной диафрагмы в плоскости изображения промежуточной линзы возникает электронно-дифракционная картина от просвечиваемого участка образца. При этом в электронном микроскопе можно изучать дифракцию от малого участка образца

В электронном микроскопе можно наблюдать дифракцию от большого поля в проходящих и отраженных электронах, так как дифрагируют не только прошедшие, но и отраженные пучки. Объект при этом можно поворачивать, что позволяет получать картины дифракции по различным направлениям. Полученные дифракционные картины - электронограммы - зависят от способа их получения и характера объекта.

Точечные электронограммы с рефlekсами в виде отдельных пятен получаются от монокристаллов и их сростков (рис. 4). При этом каждый рефлекс соответствует электронам, отраженным от плоскостей кристалла, имеющих определенное значение индексов hkl .

Кольцевые электронограммы образуются при прохождении электронного пучка через поликристаллический препарат, состоящий из многих беспорядочно ориентированных в пространстве микроскопических кристалликов. Они представляют собой серию концентрических колец, возникающих при пересечении экрана серией конусов, образованных дифрагированными лучами вокруг первичного пучка.

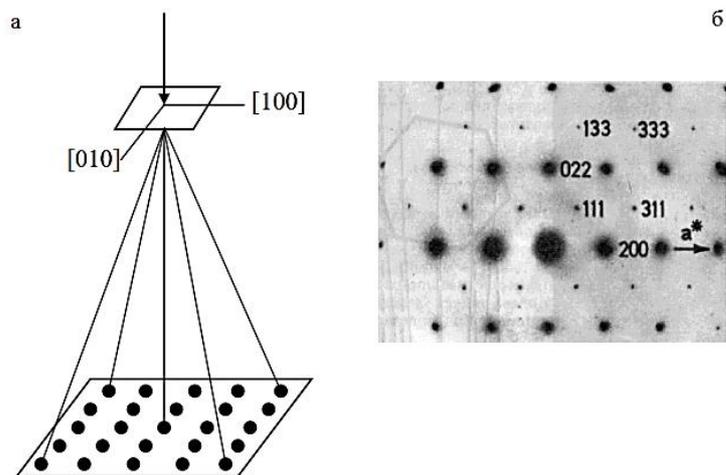


Рисунок 4. – Схема микродифракции (а) и результирующая электронограмма (б) от монокристалла КСl.

При увеличении размера кристаллов (примерно больше 1/15 диаметра рассеивающего участка или селекторной апертуры) кольца будут иметь не сплошной вид, а состоять из множества отдельных точек.

Электронограммы от текстурированных образцов имеют рефлексy в виде симметрично расположенных дуг с наибольшими интенсивностями в их средних частях (рис.5). Они получаются от закономерно ориентированных объектов, представленных обычно агрегатами слоистых (пластинчатых) или игольчатых (трубчатых, волокнистых) кристалликов при наличии их преимущественной ориентировки относительно какого-либо направления или плоскости в образце.

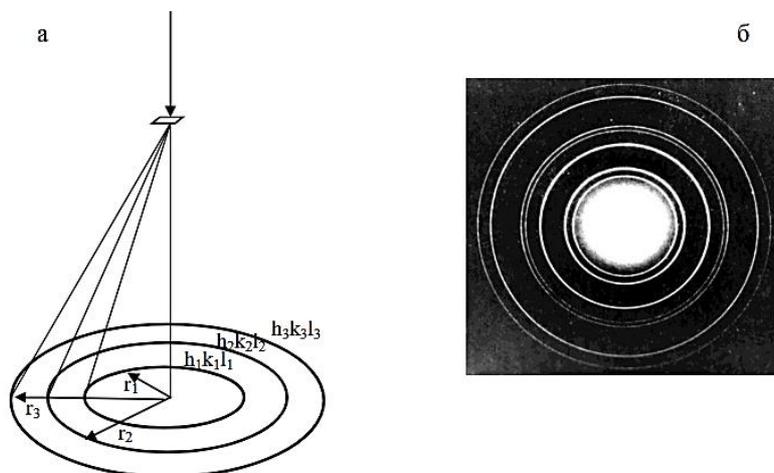


Рисунок 5.– Схема микродифракции от поликристаллического образца (а) и результирующая электронограмма для кристаллов NaCl (б)

Ход работы:

1) *Включите ПЭМ и вакуумную систему (нажмите на желтую и красную кнопки) (рис. 1). Подождите немного, а затем во вкладке мониторы нажмите на кнопку "Off" над "Wobbler" чтобы запустить напряжение и перейдите во вкладку «Установка образца».*

2) *Загрузите образец. Вдавите стержень до упора и прокрутите против часовой стрелки. Выберите образец и вставьте в держатель для образцов. Закрутите держатель для образцов по часовой стрелке и оба винта (рис.1).*

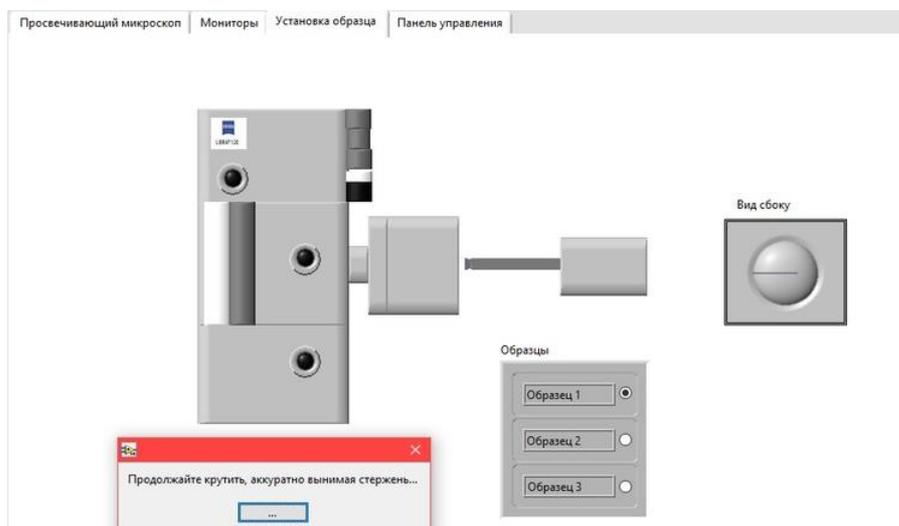


Рисунок 1.– Окно загрузки образца

3) *Вставьте стержень с образцом обратно, повторно держатель для образцов прокручивать не нужно.*

4) *Снова включите вакуумную систему во вкладке «Просвечивающий микроскоп».*

5) *Сканирование (рис.2). Для того чтобы приступить к сканированию, нажмите кнопку M1 на панели управления. (User Beam Blank On). После чего нажмите кнопку M2 , чтобы прекратить сканирование.*

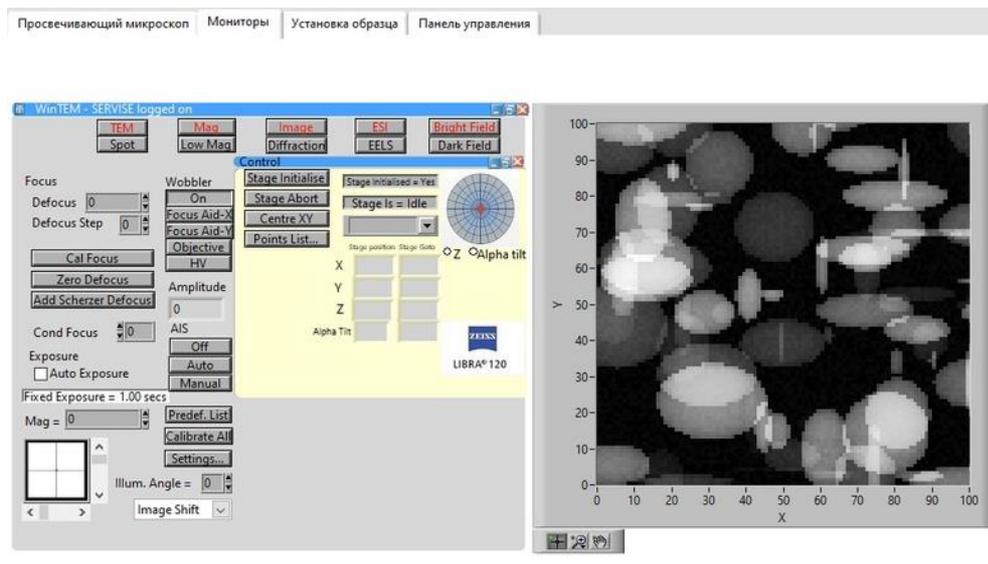


Рисунок 2.– Окно сканирование

б) Сформулируйте вывод.

Контрольные вопросы:

1. Принцип работы ПЭМ?
2. Разрешающая способность микроскопа?
3. Различных способов получения и наблюдения изображений в ПЭМ?
4. Микродифракция и электронограммы в ПЭМ?

Рекомендуемая литература:

1. Томас, Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов / под ред. и пер. с англ. Б. К. Вайнштейна. - Москва : Наука, 1983. - 317 с. - Библиограф. : с. 310-317. - 3.90 р. - Текст : непосредственный.

2. Синдо, Д. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия : [монография] / пер. с англ. С. А. Иванова. - М. : Техносфера, 2006. - 256 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 5-94836-064-4 : 95.00 р. - Текст : непосредственный.

3. Пул, - мл. Ч. Нанотехнологии : учебное пособие / пер. с англ. под ред. Ю. И. Головина. - 4-е изд., испр. и доп. - М. : Техносфера, 2009. - 336 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 978-5-94836-2 01-4 : 230.00 р. - Текст : непосредственный.

4. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля : учебное пособие / пер. с англ. под ред. С. Л. Баженова, с доп. О. В. Егоровой. - М. : Техносфера, 2006. - 384 с. - (Мир материалов и технологий). - ISBN 5-94836-018-0 : 125.00 р. - Текст : непосредственный.