

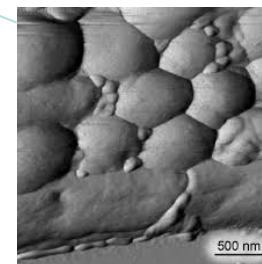
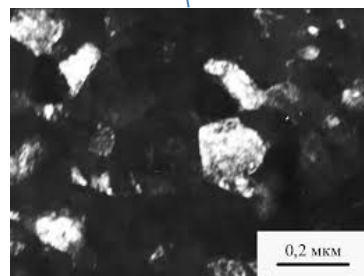
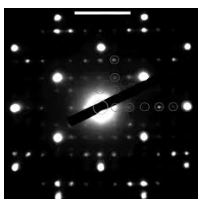
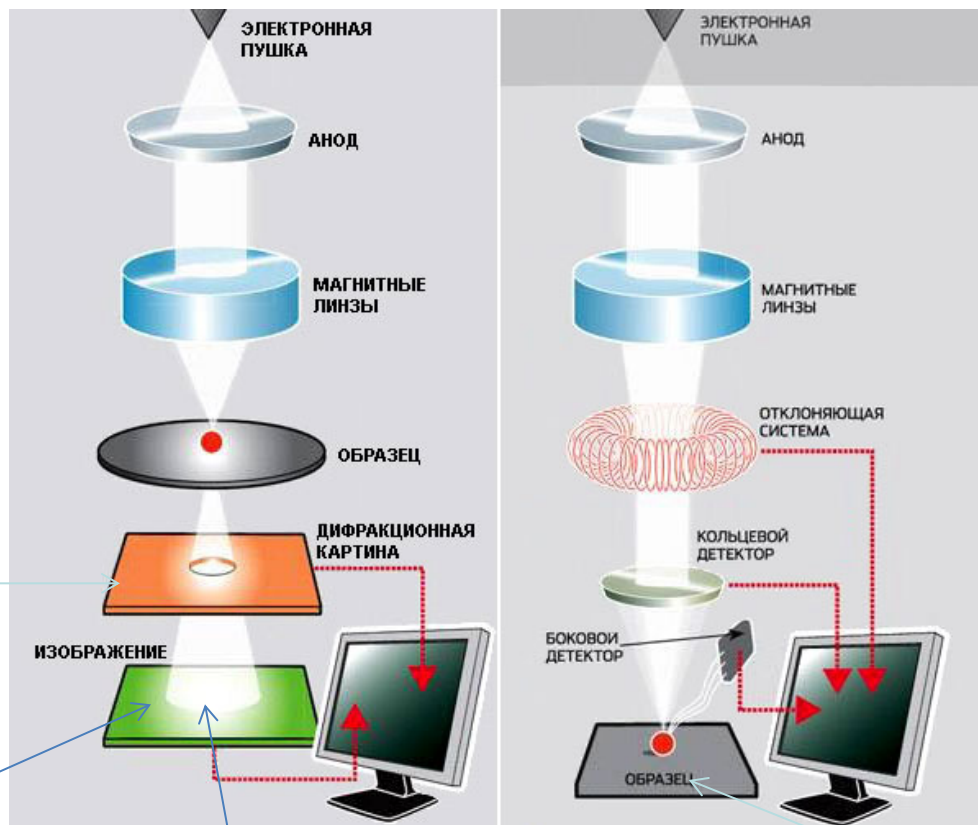
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ В ИССЛЕДОВАНИИ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ

МОДУЛЬ 2. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Лекция 9.

Сканирующая электронная микроскопия. Принцип получения изображений.
Преимущества и недостатки. Фрактографический анализ.

Просвечивающий и сканирующий электронные микроскопы

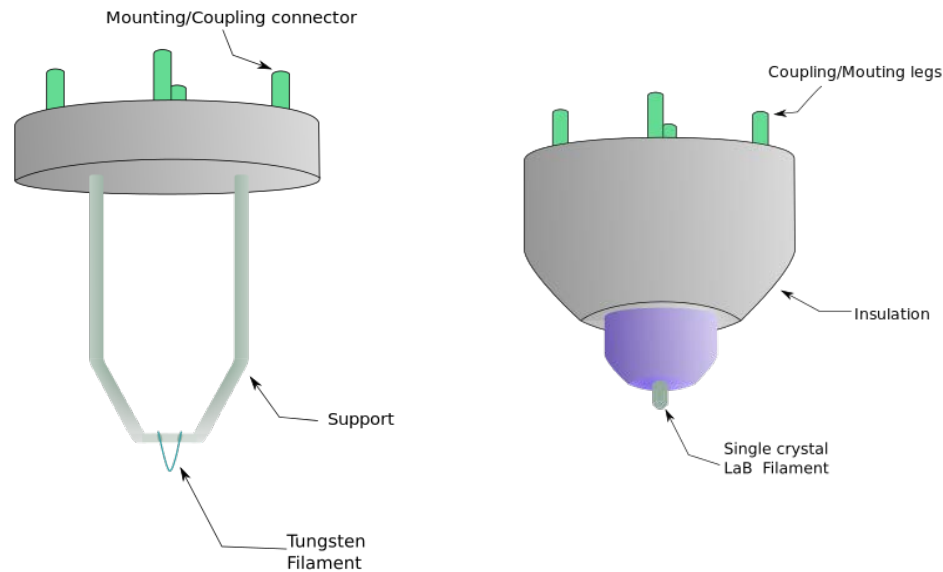


Электронная пушка

Термоэлектронная пушка

Автоэмиссионная пушка

(туннелирование электронов сквозь потенциальный барьер при приложении внешнего поля)



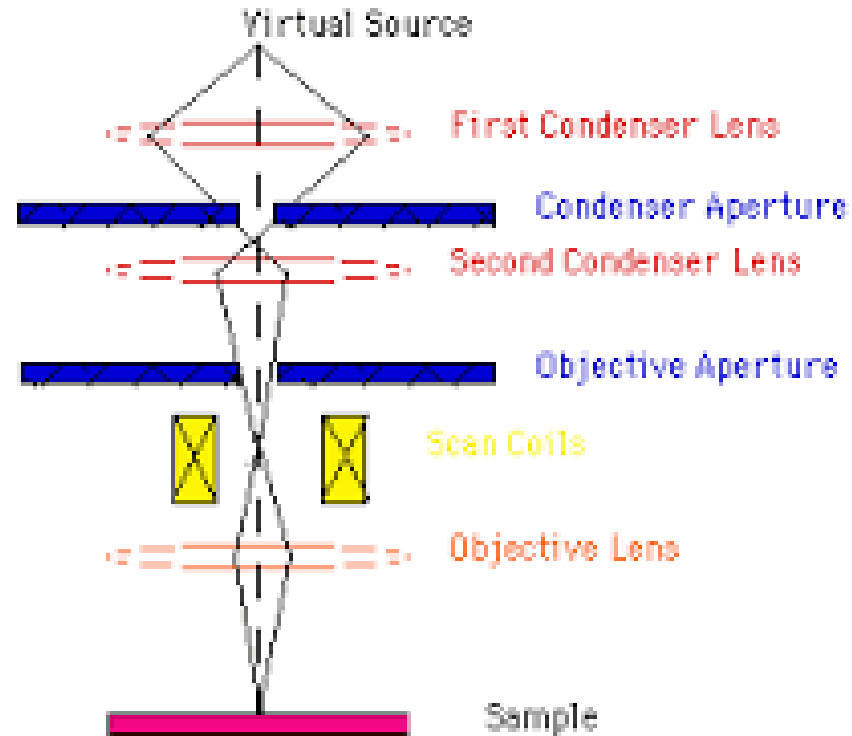
При нагревании вольфрамовая нить или заостренный монокристалл LaB₆ (гексаборида лантана) испускают (эмитируют) электроны

Конденсорные линзы — (такая же линза есть и в оптическом микроскопе) — собирают электроны, летящие из электронной «пушки», в узкий пучок.

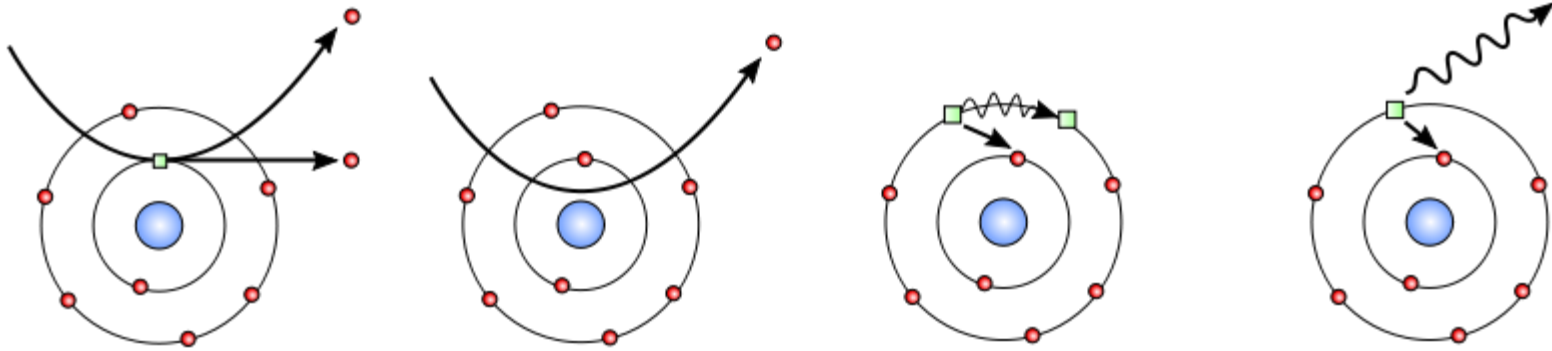
Апертуры представляют собой металлические пластины с отверстиями для прохождения электронов. Толщина пластин подбирается так, чтобы сквозь отверстия проходили только электроны, отклоняющиеся от оптической оси не более чем на выбранный угол.

Отклоняющие катушки обеспечивают сканирование электронного луча по поверхности образца.

Объективная линза увеличивает изображение предмета.



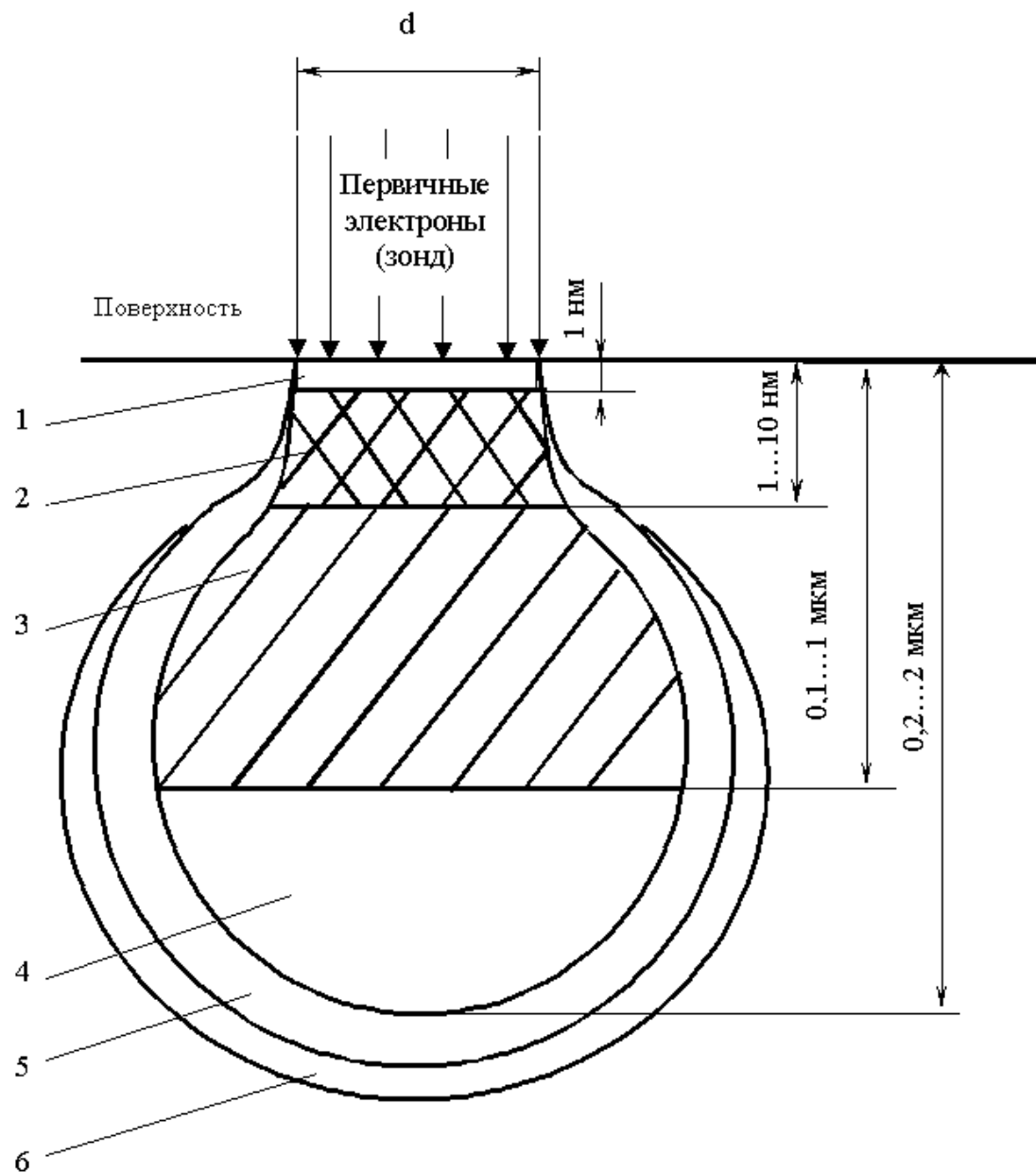
Взаимодействие электронов с веществом



Электроны зонда (пучка) взаимодействуют с материалом образца и генерируют различные типы сигналов:

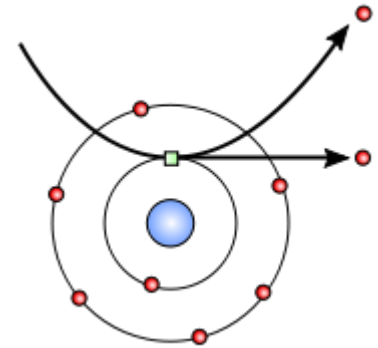
- вторичные электроны,
- обратноотраженные электроны,
- Оже-электроны, рентгеновское излучение,
- световое излучение (катодоллюминесценция) и т. д.

- Оже-электроны – 1,
- вторичные электроны** – 2,
- отраженные электроны** – 3,
- характеристическое
рентгеновское излучение – 4,
- тормозное рентгеновское
излучение – 5,
- флуоресценция – 6.



Вторичные электроны

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.



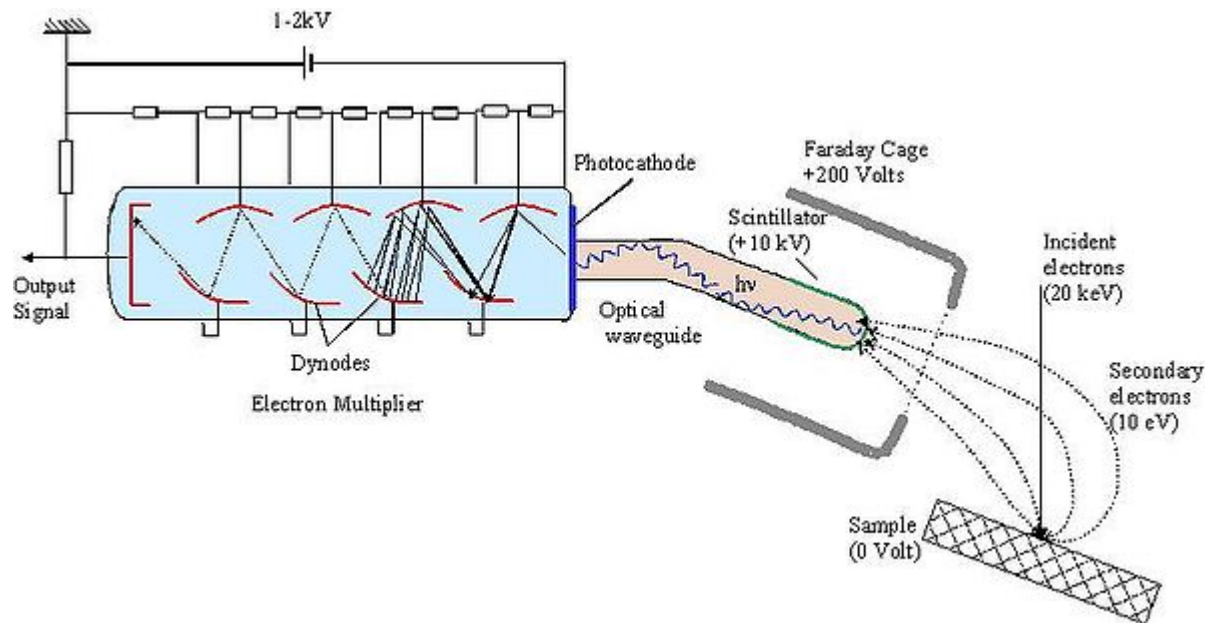
Вторичные электроны обычно обладают небольшой энергией (порядка 50 эВ). Поэтому их выход возможен только с приповерхностных слоев материала (менее 10 нм).

Благодаря небольшой кинетической энергии эти электроны легко отклоняются небольшой разностью потенциалов. Это делает возможным существенно повысить эффективность детекторов (собрать максимально возможное количество электронов) и получить высококачественные изображения с хорошим отношением сигнал/шум и разрешением лучше 1 нм.

Количество вторичных электронов зависит как от **природы** образца (в меньшей степени), так и от **угла** столкновения электронного пучка с поверхностью образца, то есть от топографии (в большей степени). Поэтому ⁷ сигнал вторичных электронов позволяет воспроизвести топографию образца.¹

Детектор вторичных электронов (детектор Эверхарта-Торнли)

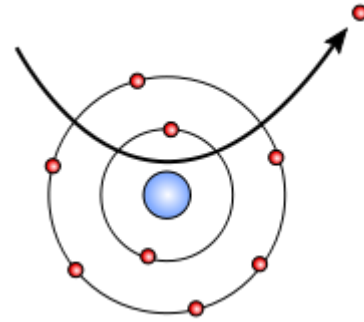
Электроны, эмитированные с поверхности образца попадают на сцинтиллятор (обычно это легированные пластмассы или стекло), выбивают фотоны, которые по световоду поступают на фотоумножитель, в котором происходит усиление сигнала.



Фотоны бомбардируют первый электрод фотоумножителя, вызывая эмиссию электронов, которые на других электродах образуют каскады электронов, создающих на выходе импульс с усилением $10^5 - 10^6$.



Отраженные электроны образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до 90°) 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.



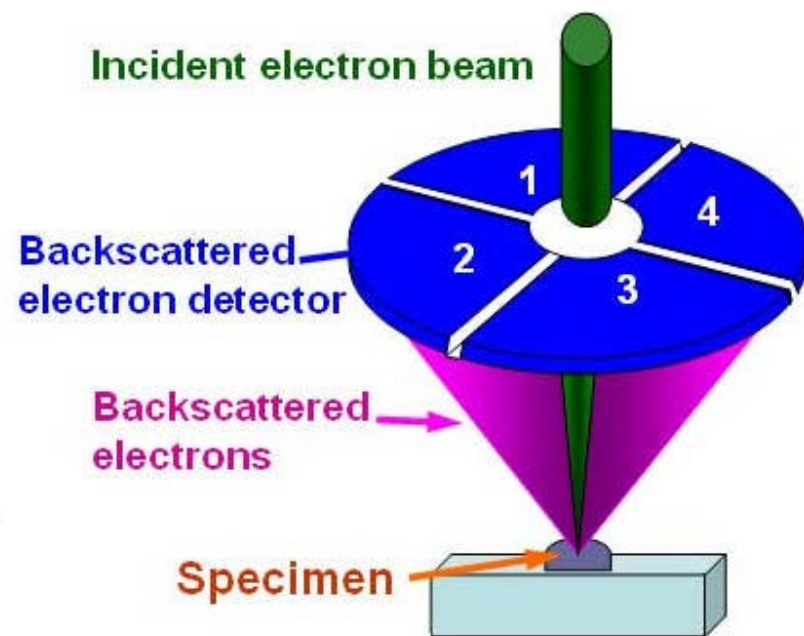
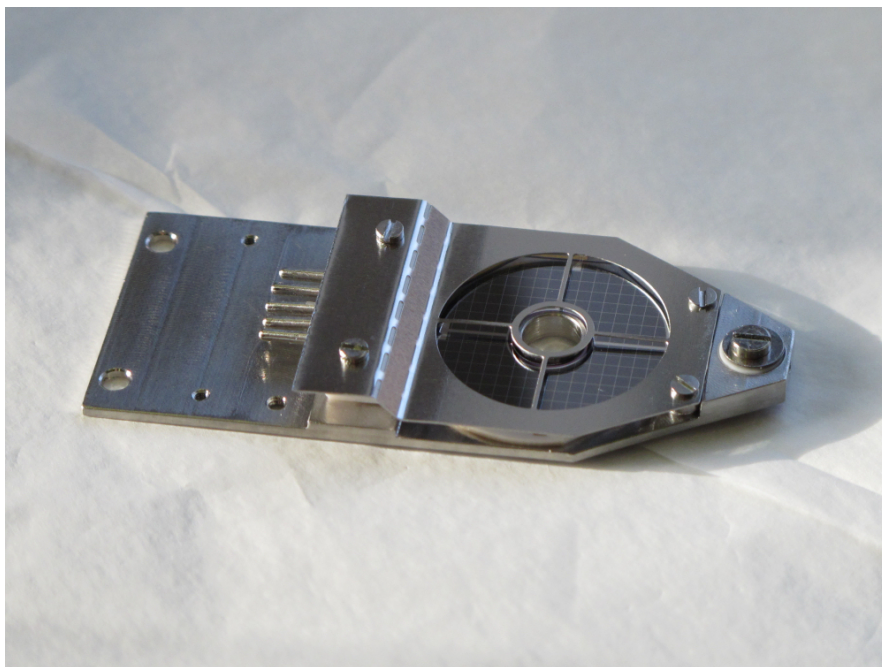
В зависимости от конфигурации детектора они могут отображать либо композицию (состав) образца, либо его топографию (рельеф поверхности).

Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее количество отраженных электронов с малым запасом энергии.

Поскольку интенсивность сигнала ОЭ напрямую связана со средним атомным номером (Z) облучаемой в данный момент электронным пучком области образца, изображения ОЭ несут в себе информацию о распределении различных элементов в образце.

Твердотельный детектор отраженных электронов

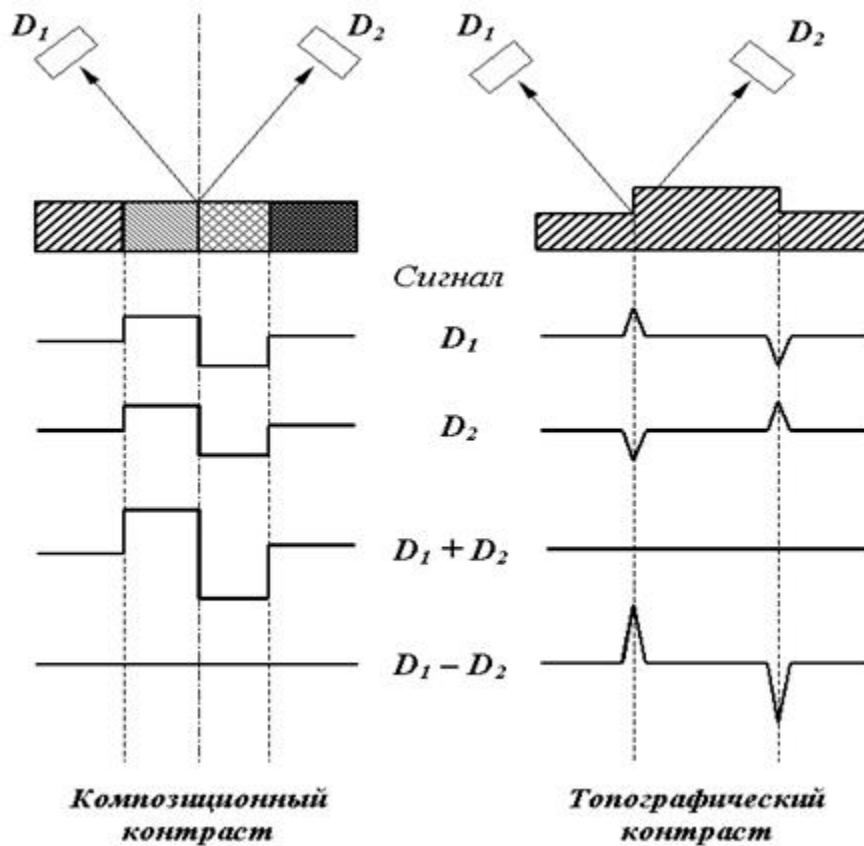
Детектор обычно представляет собой кристалл кремния со смещенным р-п переходом. Отраженные электроны попадают на детектор, внося изменения в протекающий ток. Этот сигнал усиливается и выдается на монитор микроскопа в виде пикселей.



Эмиссия отраженных электронов зависит от порядкового номера химического элемента. На плоской поверхности образца участок материала с более высоким средним порядковым атомным номером отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют **КОМПОЗИЦИОННЫМ**.

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

Изображение в режиме отраженных электронов содержит два типа информации: первый отвечает составу исследуемого образца, второй – его топографии. Для того чтобы разделить эти два типа информации используется парный полупроводниковый детектор, расположенный симметрично относительно оптической оси.



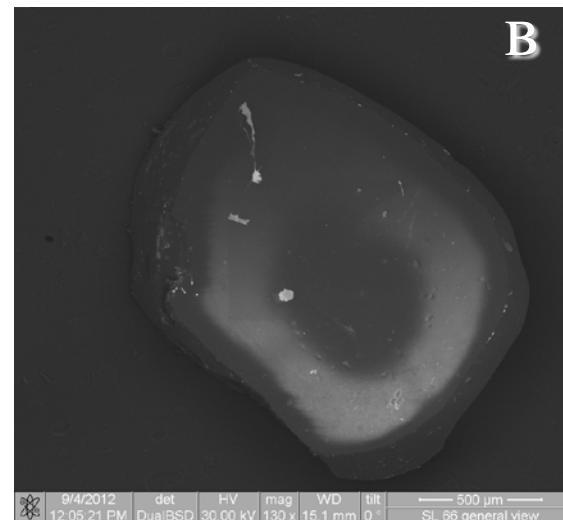
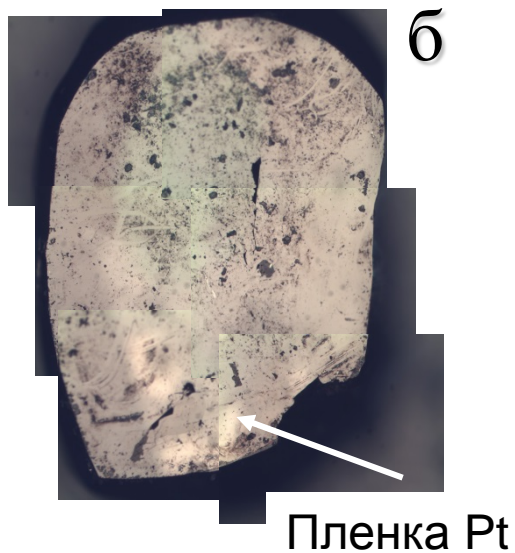
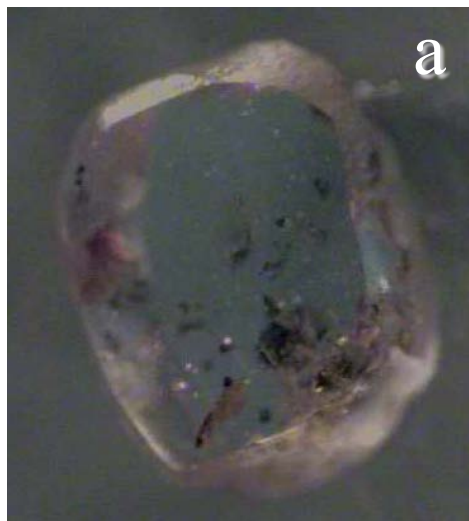
Работа при низких ускоряющих напряжениях

Современные микроскопы способны работать при низких ускоряющих напряжениях, до 200 вольт. Приложение замедляющего потенциала позволяет уменьшать ускоряющее напряжение до 10 вольт.

Низкие напряжения имеют ряд преимуществ.

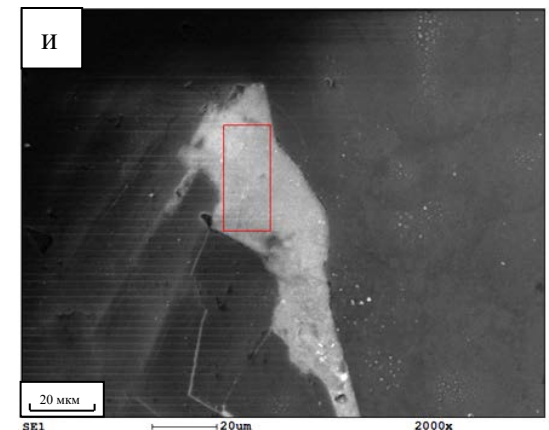
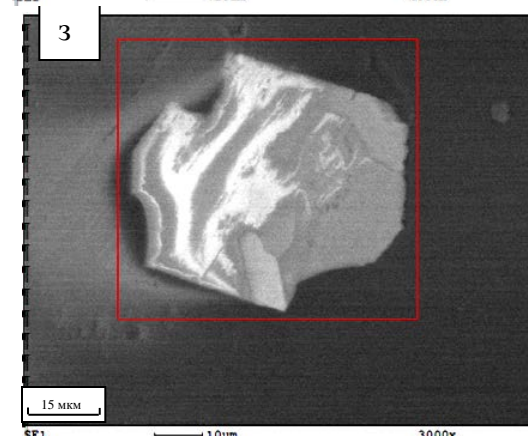
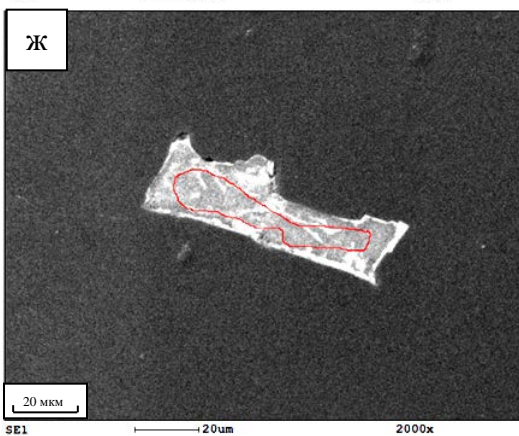
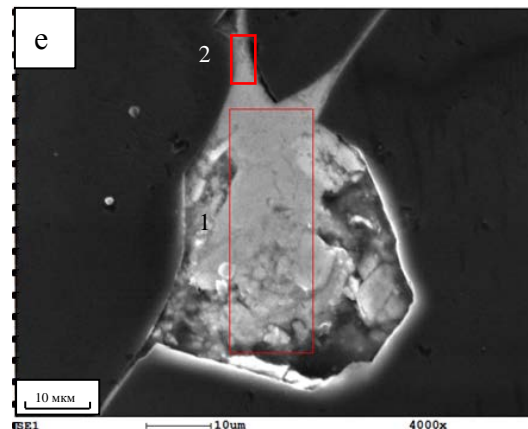
- При низком напряжении можно достичь состояние равновесия, когда количество электронов пучка поглощенных образцом равно количеству электронов эмитированных образцом. В этих условиях нанесение проводящих покрытий на образец не требуется.
- При низких напряжениях повреждение образца электронами пучка минимально, что важно для деликатных образцов.
- При низких напряжениях зона взаимодействия электронов пучка с образцом резко уменьшается, что ведет к существенному увеличению пространственного разрешения при работе с отраженными электронами и с рентгеновским излучением.

Накопления заряда в колонне электронного микроскопа



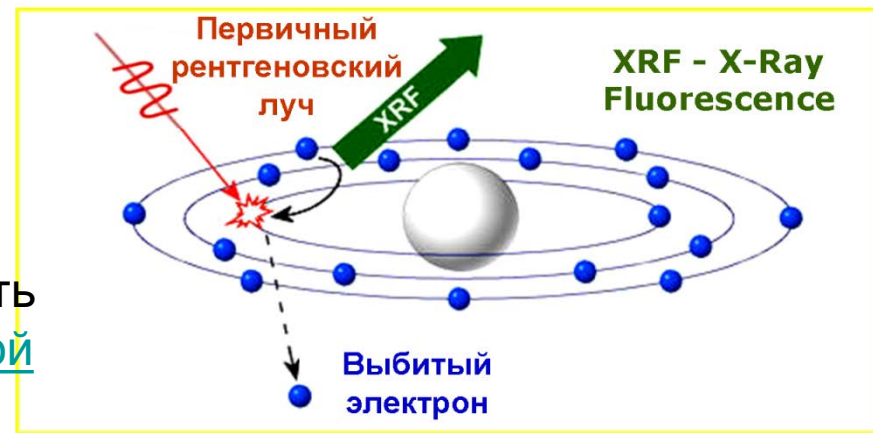
Оптические (а, б) и РЭМ-изображения (в) полированной поверхности алмаза

РЭМ изображения включений
мейджоритового граната $\text{CaMgFe}_2\text{AlSi}_3\text{O}_4$, оливинов $(\text{Mg,Fe})_2[\text{SiO}_4]$
и коэситов (SiO_2) в алмазах



Микрорентгеноспектральный анализ

Когда электрон высокой энергии взаимодействует с атомом, он может выбить один из электронов внутренней электронной оболочки. В результате атом перейдет в ионизированное, или возбужденное состояние, с вакансией в оболочке.

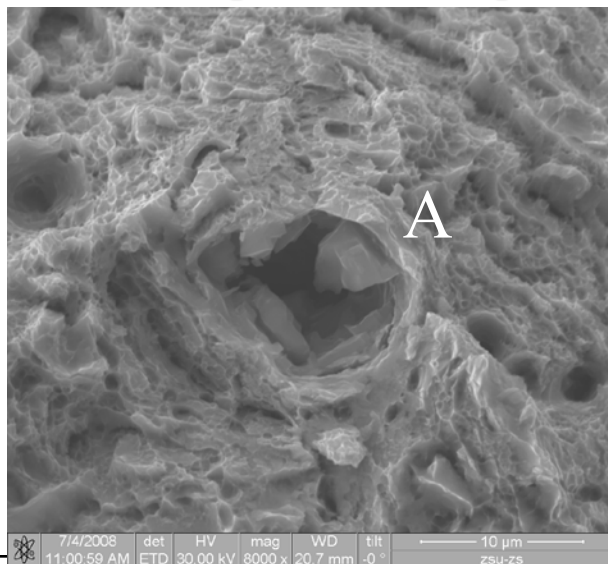


Переход в нормальное состояние происходит, когда один из электронов внешней оболочки заполняет данную вакансию, что сопровождается изменением его энергии, а величина изменения определяется уникальной для каждого химического элемента электронной структурой атома. Эта «характеристическая» энергия может высвободиться из атома двумя способами. Один из них – эмиссия рентгеновского фотона с характерной энергией, специфической для каждого перехода и, соответственно, для определенного элемента. Второй способ – высвобождение т.н. электронов Оже.

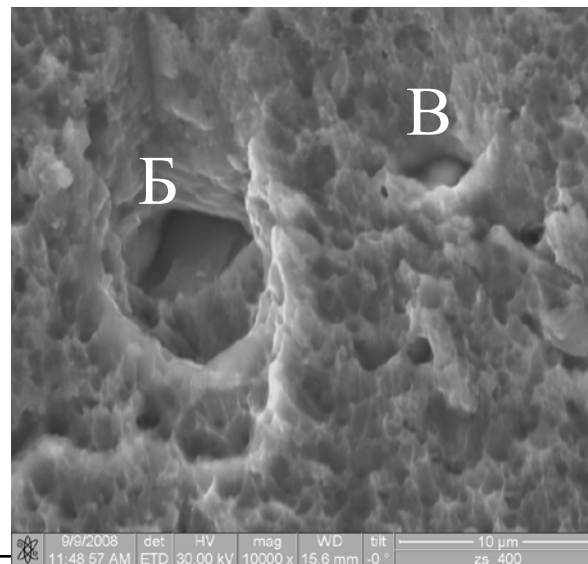
Рентгеновские фотоны обладают свойствами как частиц, так и волн.

Для рентгеноспектрального анализа можно использовать энергодисперсионный спектрометр, который сортирует фотоны по их энергии, либо волнодисперсионный спектрометр, использующий принцип разделения₁₅ рентгеновского излучения по длинам волн.

Испытания на растяжения при 20 °С



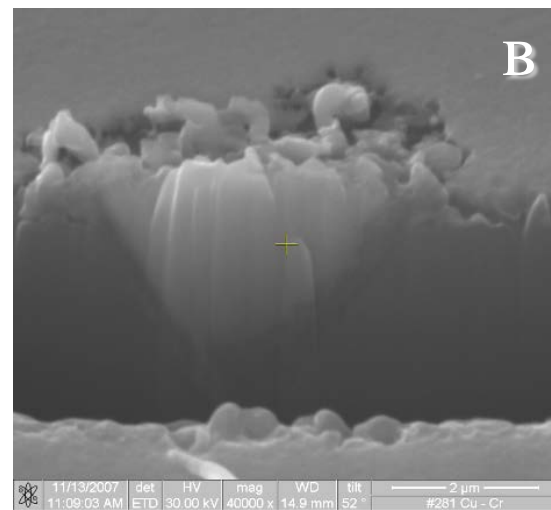
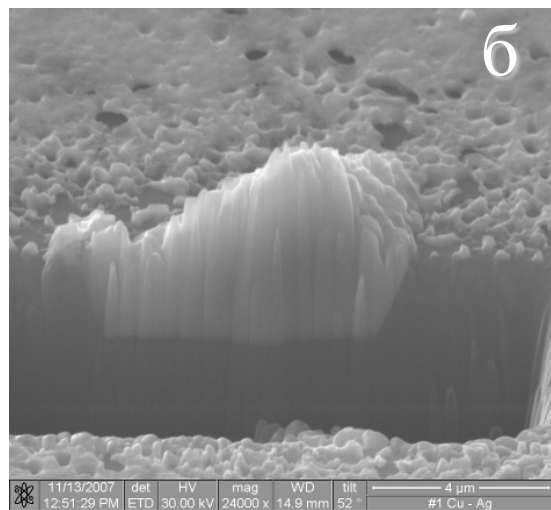
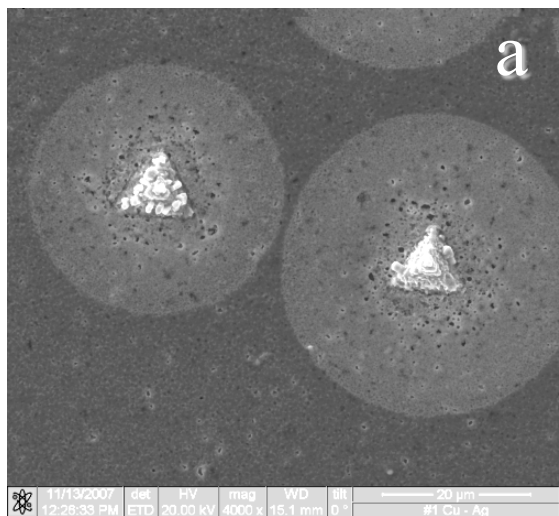
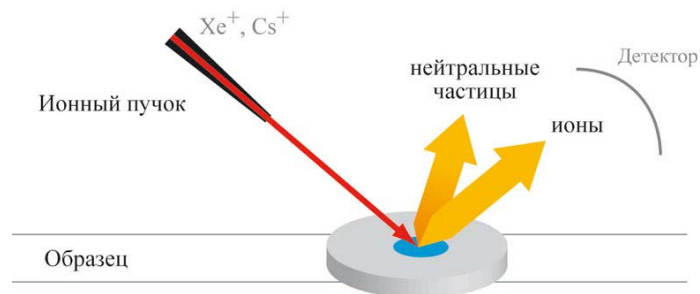
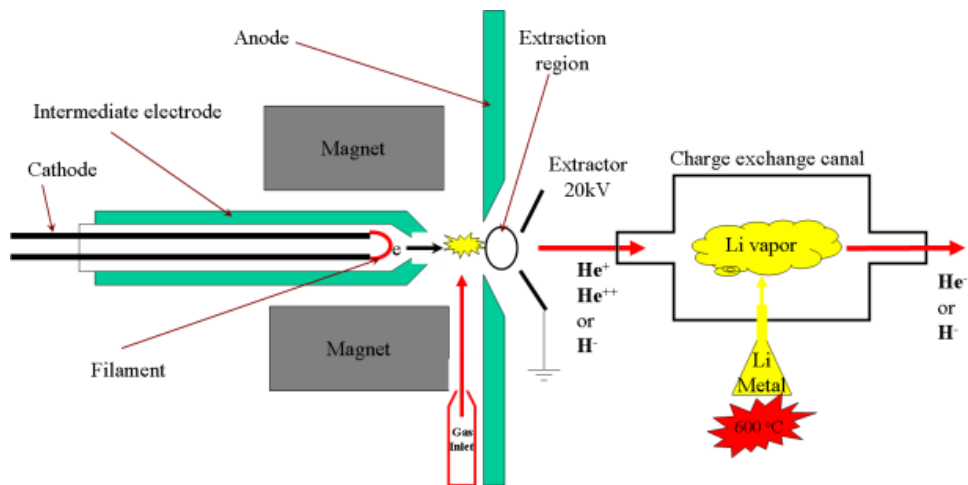
Испытания на растяжения при 400 °С



Химический элемент	Количество химического элемента в частице А, весовые %	Количество химического элемента в частице Б, весовые %	Количество химического элемента в частице В, весовые %
Кремний	2,60	-	0.26
Ванадий	2,14	1.89	0.71
Хром	6,22	12.06	4.31
Марганец	-	2.25	0.77
Железо	24,26	58.58	20.78
Цирконий	24,10	16.66	42.23
Титан	40.68	8.56	3.18
Углерод	-	-	27.76

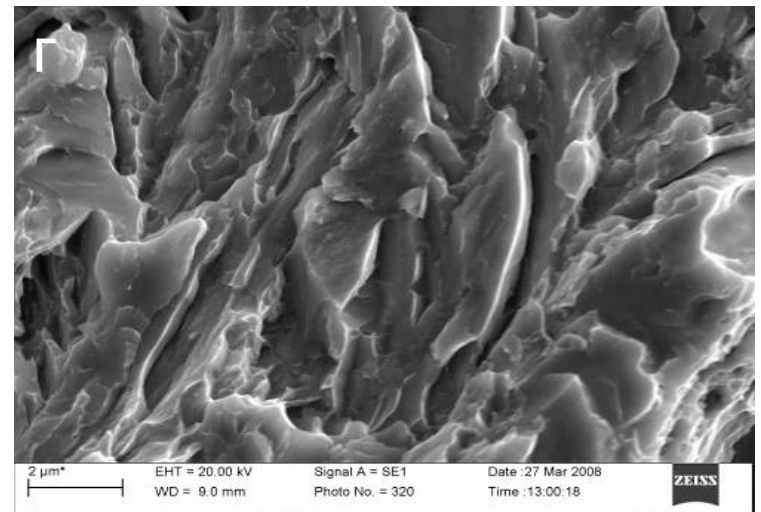
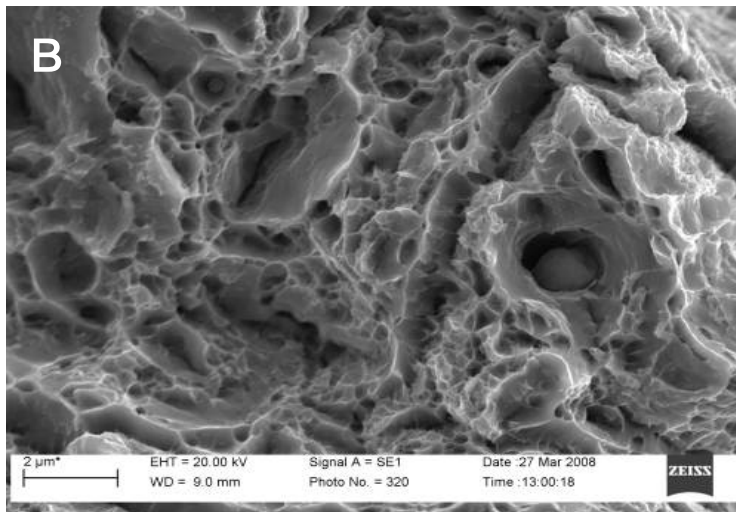
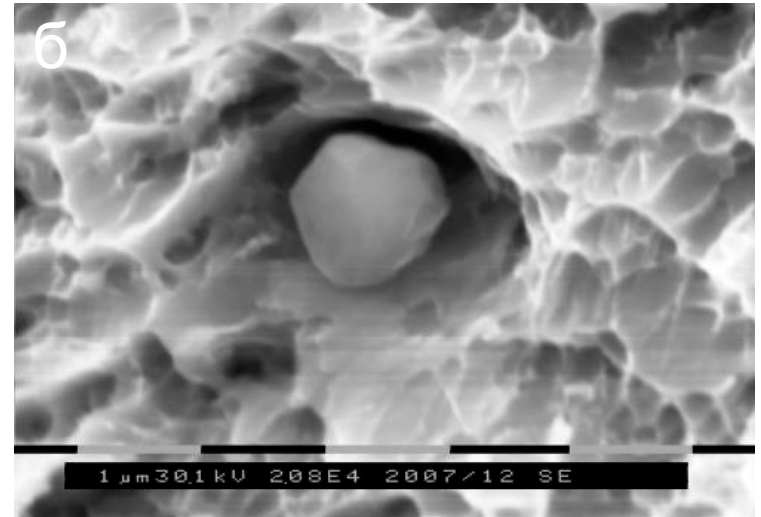
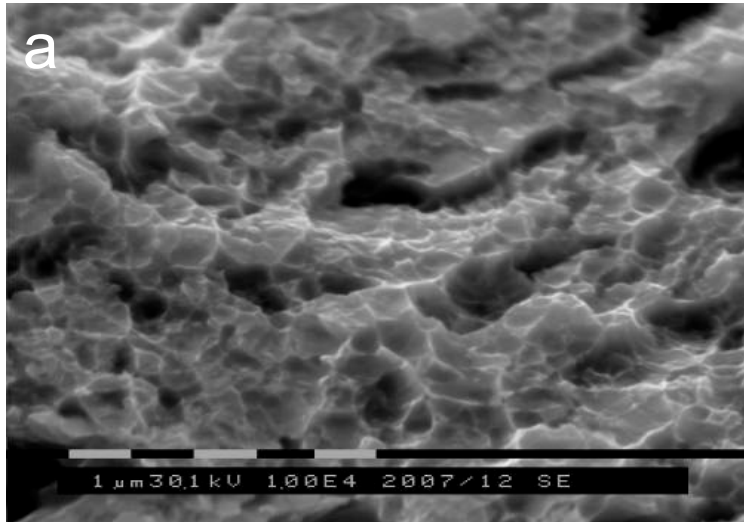
Ионный пучок

Дуоплазматрон

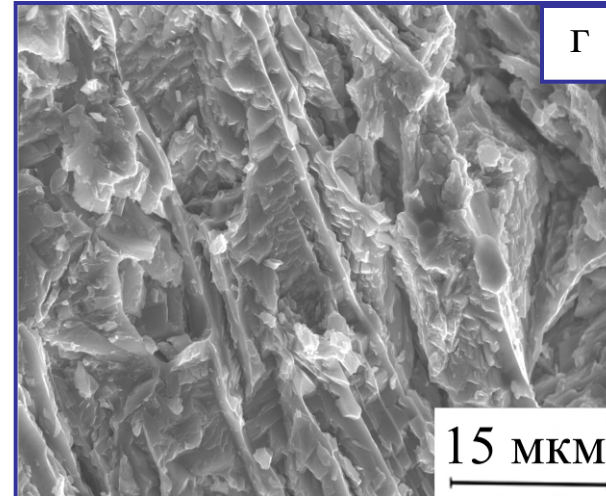
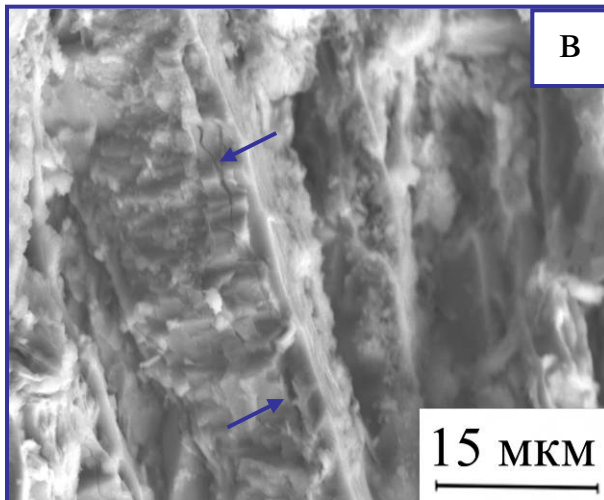
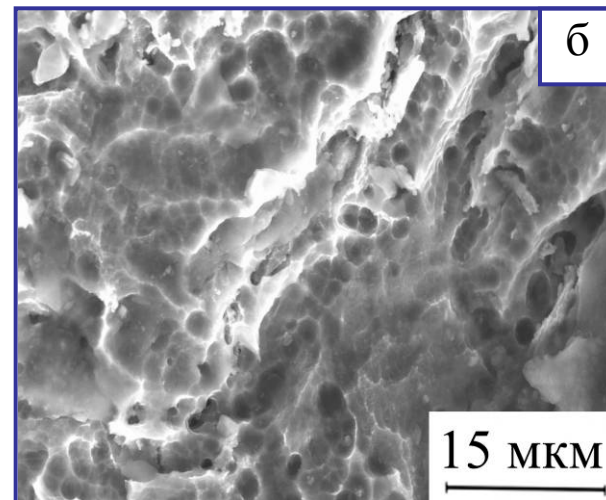
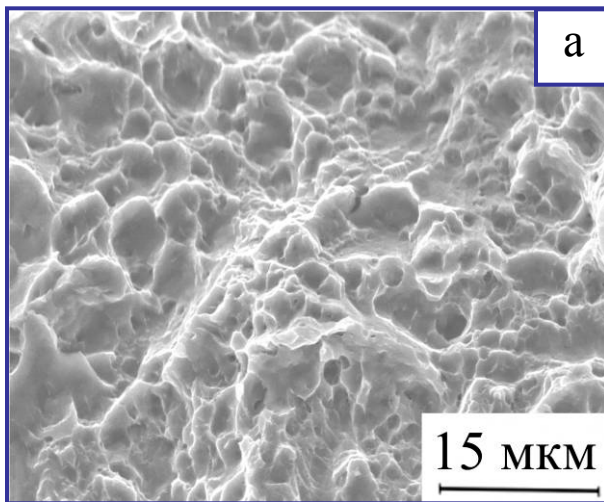


Образование силицидов кремния Cu_3Si в процессе отжига Cu/Cr пленок на подложках $\text{Si}(100)$ (а, б) и $\text{Si}(111)$ (в)

Поверхность разрушения



Фрактография излома закаленных и состаренных образцов стали ЭК-181; растяжение при $T = 300$ (а, б), 223 (в) и 77 К (г), $\epsilon = 20$ (а, б), 10 (в) и 5% (г)



Фрактография излома деформированных до разрушения образцов ВТ1-0, находящихся в различном структурном состоянии:

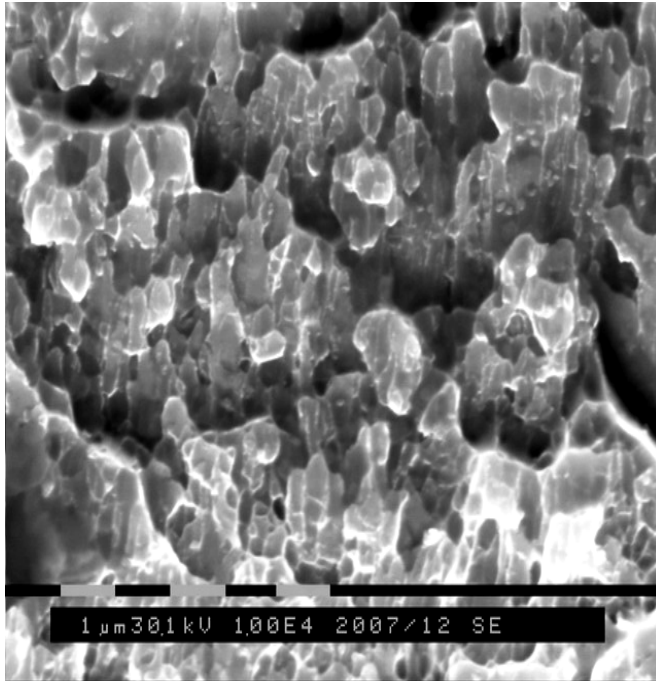
а – рекристаллизованные образцы;

б – наводороженные в течение 5 мин

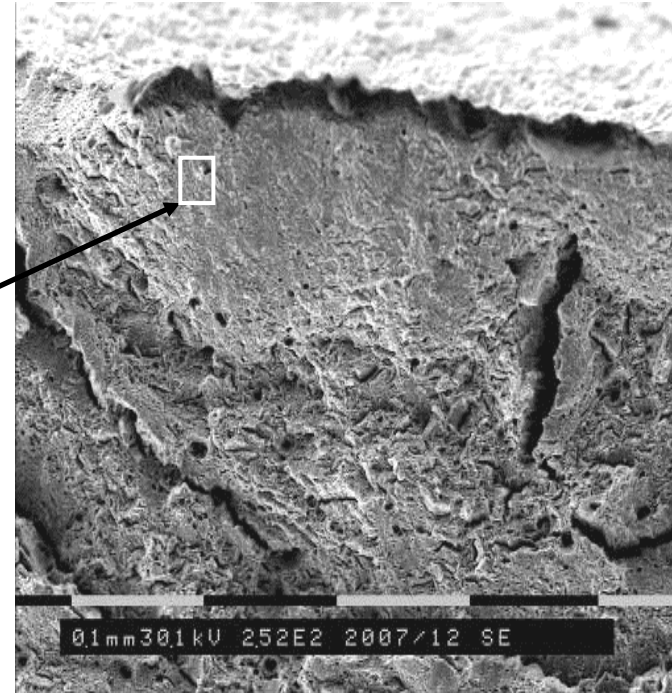
в – подвергнутые электронно-пучковой обработке и последующему наводороживанию течение 5 мин (трещины в объеме образца указаны стрелками)

г – наводороженные в течение 30 мин

а



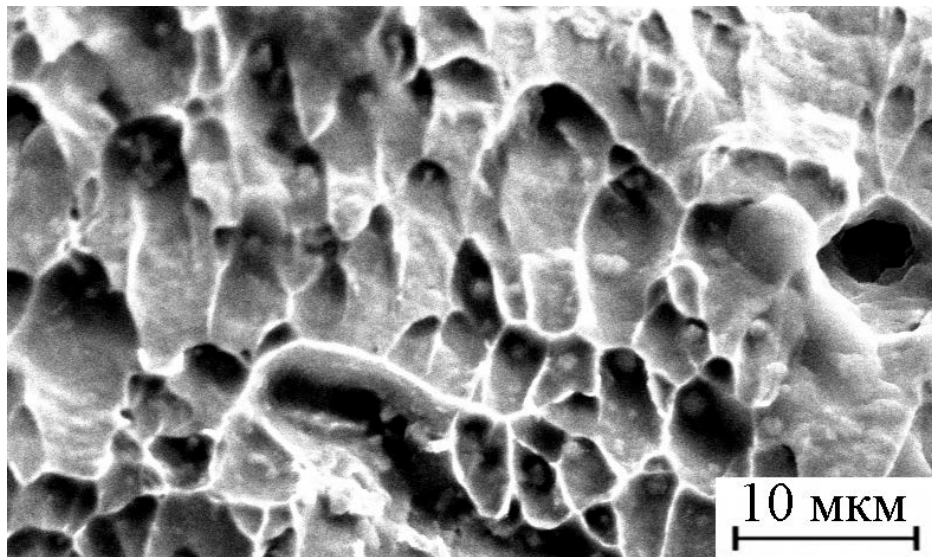
б



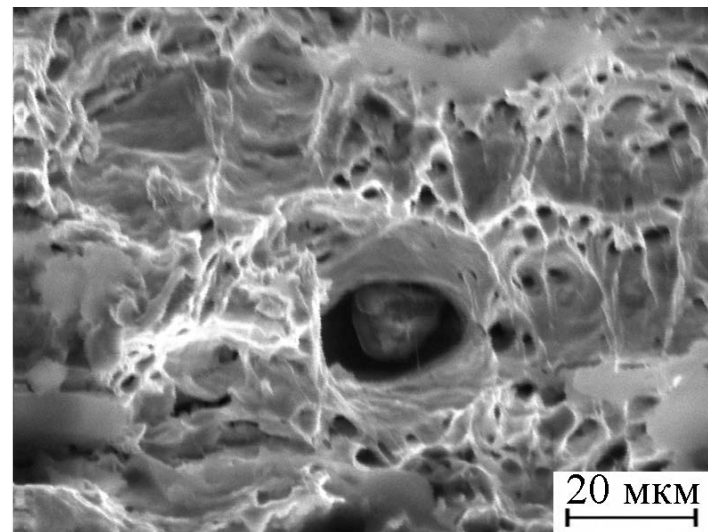
Поверхность излома образцов стали ЭК-181, подвергнутых закалке, ультразвуковой обработке и старению; растяжение при $T = 300 \text{ K}$, $\varepsilon = 10\%$; а – поверхностный слой, б – зоны хрупкого (поверхностный слой) и вязкого (объем материала) разрушения

Химический элемент	Количество химического элемента в частице, весовые %	Количество химического элемента в объеме, весовые %
Углерод	17,79	4,16
Кислород	24,31	1,40
Алюминий	29,76	0,24
Сера	0,88	0,06
Магний	1,93	0,36
Железо	25,33	93,77

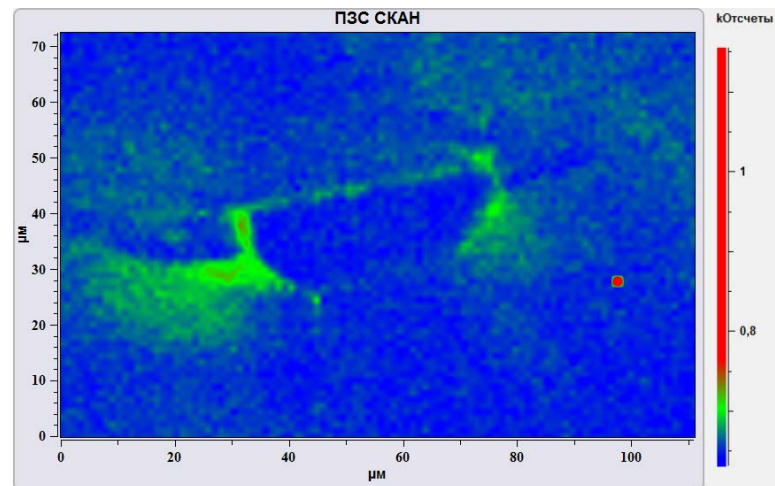
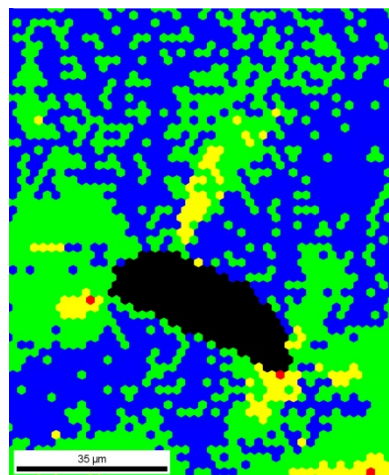
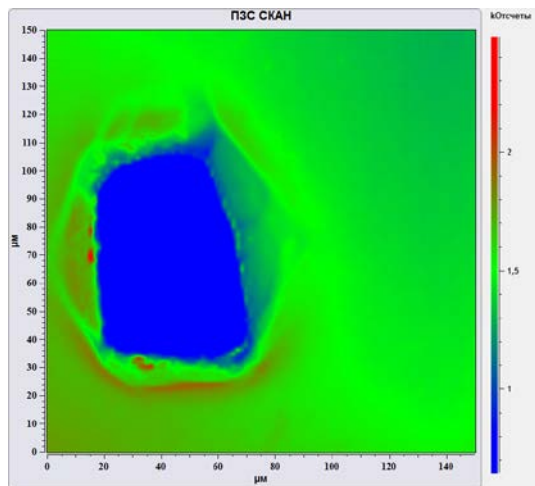
а



б



Фрактография изломов образцов армко-железа, подвергнутых предварительному прокату (а) и отжигу при $T = 400^{\circ}\text{C}$ (б); одноосное растяжение, $\varepsilon = 3$ (а) и 5 % (б)



Детекторы вторичных электронов — первый и традиционно устанавливаемый на большинство РЭМ тип детекторов

(в некоторых упрощенных настольных моделях используется только детектор отраженных электронов).

В этом режиме разрешающая способность РЭМ максимальна.



Детектор вторичных электронов

Контраст во вторичных электронах сильнее всего зависит от рельефа поверхности, тогда как отражённые электроны несут информацию о распределении электронной плотности (области, обогащённые элементом с бóльшим атомным номером выглядят ярче). Поэтому обратно-рассеянные электроны, которые генерируются одновременно со вторичными, кроме информации о морфологии поверхности содержат дополнительную информацию и о составе образца.