

Учебное издание

Исследование топографии поверхности функциональных наноматериалов
методом растровой электронной микроскопии

Составители: БОНДАРЕНКО Геннадий Германович
ГАЙДАР Анна Ивановна

Редактор Е.С. Резникова
Технический редактор О.Г.Завьялова

Подписано в печать 05.04.2011. Формат 60×84/16.
Бумага офсетная №2. Ризография. Усл.печ.л. 1,5.
Уч.-изд. л. 1,3. Изд. №34. Тираж 50 экз. Заказ 85.
Бесплатно.

Московский государственный институт электроники и математики.
109028, Москва, Б.Трехсвятительский пер., 3/12.
Отдел оперативной полиграфии Московского государственного
института электроники и математики.
115054, Москва, ул. М. Пионерская, 12.

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Московский государственный институт электроники и математики
(технический университет)»

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ
ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ РАСТРОВОЙ
ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Учебно-методическое пособие для проведения семинарского занятия с
элементами инженерного тренинга

Москва 2011

Составители: д-р физ.-мат. наук, проф. Г.Г. Бондаренко, ст. научн. сотр.
А.И. Гайдар

УДК 621.31

Исследование топографии поверхности функциональных наноматериалов методом растровой электронной микроскопии / Учебно-методическое пособие к семинарскому занятию с элементами инженерного тренинга / Подготовлено для 2-ой Всероссийской школы-семинара студентов, аспирантов и молодых учёных по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники»/ Моск. гос. ин-т электроники и математики; Сост: Бондаренко Г.Г., Гайдар А.И. М., 2011.-24с.

Содержанием учебно-методического пособия является изучение метода исследования микроструктуры поверхности материалов — растровой электронной микроскопии, принципа действия РЭМ, а также обсуждение особенностей применения метода для исследования микроструктуры функциональных наноматериалов космической техники.

Учебно-методическое пособие составлено с использованием результатов исследований функциональных наноматериалов космической техники, проводимых в рамках НИР и на оборудовании ГНУ «НИИ ПМТ» совместно с МИЭМ (ТУ).

Учебно-методическое пособие для проведения семинарского занятия с элементами инженерного тренинга написано в соответствии с заданием по Государственному контракту на выполнение работ в рамках направления 2 федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008-2011 годы» (Гос. контракт №16.647.12.2002 от 11 октября 2010г.; Шифр: 2010-02-2.3-03; Тема: Всероссийская школа-семинар студентов, аспирантов и молодых учёных по тематическому направлению деятельности национальной нанотехнологической сети «Функциональные наноматериалы для космической техники»).

ISBN 978-5-94506-284-9

1. Цели семинара

Целями семинара являются:

- обсуждение возможностей и особенностей применения методов РЭМ для исследования наночастиц и функциональных композиционных наноматериалов космической техники;
- ознакомление с физическими основами, принципом работы, устройством и основными техническими характеристиками растрового электронного микроскопа;
- обсуждение особенностей подготовки образцов и подбора режимов исследования для получения максимальной разрешающей способности;
- приобретение первичных навыков по получению изображения микроструктуры образцов наночастиц и функционального композиционного наноматериала космической техники в режиме высокого разрешения;
- обсуждение результатов исследования изменения структуры поверхности функциональных наноматериалов под воздействием факторов космического пространства (на примере эрозии полиимида и композита полиимид-силиказоль под воздействием набегающего потока атомарного кислорода).

2. Возможности и особенности применения методов РЭМ для исследования нанообъектов

В ближайшие годы нанотехнологии и разнообразные функциональные наноматериалы будут все шире использоваться при создании новых образцов космической техники, что значительно изменит подходы к конструированию космических аппаратов и сыграет огромную роль в осуществлении крупномасштабных космических проектов первой половины XXI столетия.

Чтобы оценить возможности применения методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) в исследовании нанообъектов и наноматериалов надо в первую очередь сопоставить их размерные характеристики с разрешающей способностью и основными характеристиками РЭМ.

Наноразмерные объекты занимают промежуточное положение между объемными материалами и атомами (или молекулами). Вещество, взятое в таком малом количестве, может иметь свойства (электрические, механические, магнитные, термические, оптические, каталитические и пр.), сильно отличающиеся от свойств данного объемного материала.

По размерному признаку нанообъекты делятся на 3 основных класса:

- 1) все три измерения нанообъекта < 100 нм — наночастицы (кластеры, коллоиды, нанокристаллы, квантовые точки, фуллерены);
- 2) только два измерения нанообъекта < 100 нм, а третье, по крайней мере, на порядок больше — углеродные нанотрубки и нановолокна, наностержни, нанопроволоки («квантовые нити», «квантовые провода»);
- 3) только одно измерение нанообъекта < 100 нм, а два других макроскопические — это покрытия и пленки.

К наноматериалам относятся материалы, состоящие из очень большого числа нанобъектов, причем основные свойства наноматериала определяются свойствами составляющих его нанобъектов.

Существуют также композиционные наноматериалы – когда в матрицу, например полимерную, внедряется какое-то количество нанобъектов.

В заключение следует упомянуть, что на сегодняшний день построение нанобъектов в нанотехнологиях производится двумя путями:

«сверху-вниз» (top-down) – уменьшением размеров объекта до нановеличин в пределах возможностей промышленного оборудования и используемого материала;

«снизу-вверх» (bottom-up) – от отдельных атомов к изделию, т.е. в контролируемых условиях происходит формирование ансамблей из отдельных атомов и ионов.

Для изучения структур в субмикронном диапазоне применяются различные виды высокоразрешающей микроскопии, такие как сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ), просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), растровая электронная микроскопия (РЭМ), микроскопия на основе сфокусированных ионных пучков и т.д.

Исходя из разрешающей способности наиболее подходящим инструментом для изучения нанобъектов являются методы СЗМ и ПЭМ. Однако анализ литературы показывает, что значительное количество исследований проводится с помощью РЭМ.

Какие же преимущества РЭМ делают его столь востребованным аналитическим микроскопом?

-разнообразие сигналов, позволяющее получать информацию не только о топографии поверхности, но и о распределении фаз, отличающихся по плотности, об элементном составе, о кристаллической структуре образца, о наличии электрических или магнитных микрополей на поверхности образца;

-большая глубина фокуса – на 2-3 порядка выше, чем у оптического микроскопа;

-объемность и вследствие этого простота интерпретации изображения;

-простота пробоподготовки;

-возможность исследовать токопроводящие образцы без подготовки;

-возможность исследовать образцы больших размеров.

По многообразию режимов работы и обилию получаемой информации растровый электронный микроскоп является лидером для исследования и анализа микроструктурных характеристик твердых тел. Диапазон полезных увеличений РЭМ на малых величинах перекрывается с диапазоном оптических микроскопов, а на больших величинах – с областью просвечивающих электронных микроскопов.

А возможность исследования крупных образцов и образцов без пробоподготовки делает РЭМ незаменимым прибором для решения различных задач, требующих оперативного неразрушающего контроля.

3. Теоретические сведения

3.1. Взаимодействие электронного зонда с образцом

Электроны зонда, обладающие высокой энергией E_0 , с огромной скоростью падают на поверхность образца и проходят на некоторую глубину, испытывая многочисленные соударения (взаимодействия) с ядрами атомов, со связанными и слабосвязанными электронами. При этом они постепенно теряют первоначальную энергию и направленность движения.

Область, в которой происходит потеря направленности движения и полная потеря первоначальной энергии E_0 , называется областью рассеяния электронов зонда в образце.

Расстояние, измеренное от поверхности образца до глубины, на которой электрон полностью теряет свою первоначальную энергию, называется полной глубиной проникновения электрона – X_R (рис.1).

Размеры области рассеяния очень важны, так как они определяют, с какой глубины и с какой площади поверхности пойдет то или иное излучение. В конечном счете именно размеры области генерации сигнала, а не диаметр зонда будут определять разрешение прибора.

Размеры и форма области рассеяния зависят от атомного номера элемента

образца Z и от первичной энергии электронов зонда E_0 . Чтобы понять эту зависимость, рассмотрим подробнее акты соударений. Соударения бывают упругими и неупругими.

При упругом соударении (взаимодействии) происходит изменение траектории движения электрона при незначительной потере энергии.

Упругие соударения происходят в основном при взаимодействии электронов с относительно тяжелыми атомными ядрами. Сильное кулоновское поле ядра резко меняет траекторию движения электрона, масса которого заметно меньше массы ядра.

При неупругом соударении (взаимодействии) происходит потеря энергии электроном при незначительном изменении траектории движения.

Неупругие соударения возникают при взаимодействии первичных электронов зонда как с ядрами атомов, так и со свободными и связанными электронами образца.

Для легких образцов с низким атомным номером Z основным является неупругий механизм рассеяния электронов. Большинство электронов успевает проникнуть глубоко в мишень, прежде чем их направление движения изменится на значительный угол. Поэтому они уже не смогут дойти до

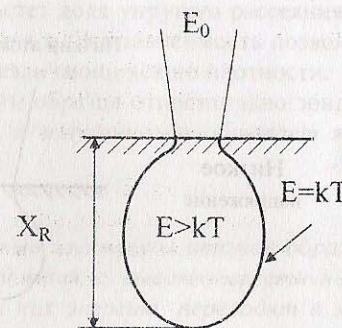


Рис.1. Область рассеяния

поверхности и преодолеть потенциальный барьер и в итоге поглощаются образцом. Область рассеяния имеет грушевидную форму.

Для образцов с большим атомным номером Z основным механизмом является упругое рассеяние. При этом наблюдается значительное рассеяние электронов зонда вблизи поверхности, и большая часть падающих электронов отражается. С увеличением Z область рассеяния приобретает форму полусферы.

Если энергия падающих электронов зонда E_0 возрастает, то область рассеяния пропорционально увеличивается в размерах, но при этом сохраняет свою форму как для легких, так и для тяжелых элементов (рис. 2).

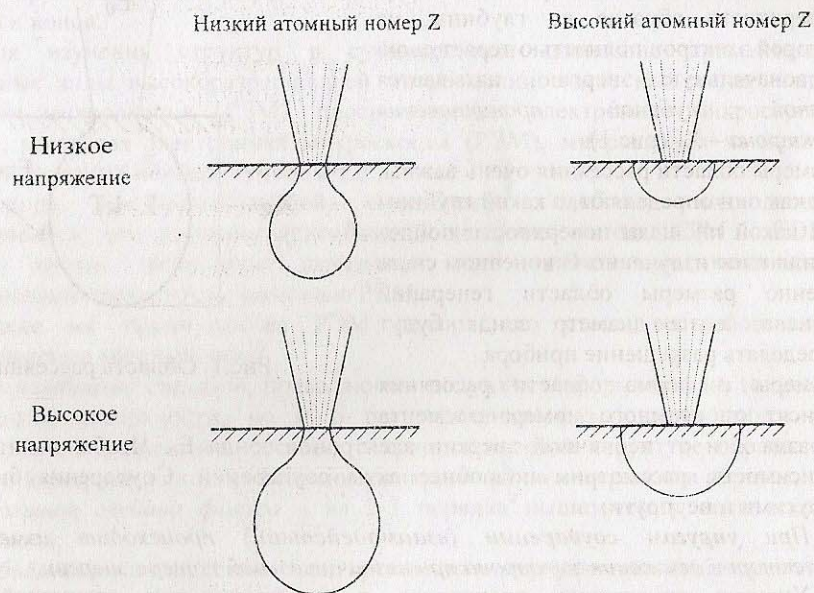


Рис.2. Изменение области рассеяния электронов при изменении ускоряющего напряжения и атомного номера Z

В результате упругих и неупругих соударений возникает ряд физических явлений. Подробно мы рассмотрим только два из них, которые используются для получения изображения топографии поверхности.

1.2. Эмиссия отраженных электронов

Отраженные электроны – это электроны зонда, которые в результате однократного или многократных актов упругого взаимодействия с атомными ядрами образца меняют направление своего движения и покидают поверхность образца.

Энергия отраженных электронов близка к E_0 , однако часть отраженных электронов при выходе из образца может терять энергию в результате неупругих столкновений. Принято считать, что минимальная энергия отраженных электронов составляет 50 эВ, т.е.

$$50 \text{ эВ} < E_{\text{отр.}} < E_0.$$

Электроны отражаются назад из поверхностного слоя, с глубины, которая значительно меньше полной глубины проникновения электронов и составляет $\sim 0,2 - 0,3 X_R$, радиус области генерации приблизительно такой же.

Численной характеристикой отраженных электронов является **коэффициент отражения η** – отношение числа обратно отраженных электронов к числу падающих электронов зонда.

Т.к. с увеличением атомного номера Z растет доля упругого рассеяния, то соответственно растет и коэффициент отражения η . Эта зависимость позволяет получить информацию о распределении фаз, различающихся по плотности.

При увеличении угла наклона поверхности образца относительно зонда θ коэффициент отражения η – **увеличивается**, а излучение приобретает ярко выраженную направленность.

1.3. Эмиссия вторичных электронов

Вторичные электроны – это орбитальные электроны атомов образца, которые в результате неупругого взаимодействия с высокоэнергетичными первичными электронами зонда получают от них энергию, переходят в зону проводимости и покидают поверхность образца.

К вторичным электронам относят все эмитируемые поверхностью электроны, энергия которых ниже 50 эВ. Максимум кривой распределения соответствует энергии в несколько эВ.

$$0 \text{ эВ} < E_{\text{в.}} < 50 \text{ эВ}.$$

Несмотря на то, что ВЭ образуются практически во всей области рассеяния, их энергия настолько мала, что покинуть образец могут только те электроны, которые образовались очень близко от поверхности, не более 1-2 нм. На этой глубине поперечное размытие пучка еще очень мало, поэтому разрешающая способность во вторичных электронах приблизительно совпадает с диаметром зонда.

Для количественной оценки вторичных электронов вводится понятие коэффициента вторичной эмиссии δ .

Коэффициент вторичной эмиссии δ – это отношение количества вторичных электронов к количеству падающих электронов зонда.

В металлах, где плотность электронов проводимости велика, вероятность того, что образовавшиеся низкоэнергетичные вторичные электроны выйдут наружу, мала.

В диэлектриках с малой концентрацией электронов в зоне проводимости вероятность выхода вторичных электронов больше и δ может достигать нескольких сотен.

Рассмотрим, как зависит коэффициент вторичной эмиссии δ от различных факторов.

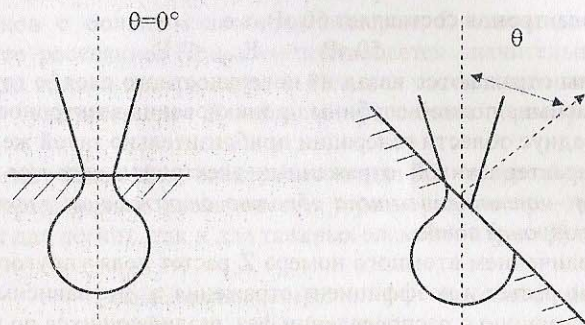


Рис.3 Влияние угла падения зонда на вторичную электронную эмиссию

Коэффициент вторичной эмиссии δ очень сильно зависит от угла падения электронного зонда θ . При увеличении угла падения зонда область рассеяния электронов приближается к поверхности, позволяя вторичным электронам из более глубоких слоёв выйти наружу (рис.3).

Количество вторичных электронов всегда прямо пропорционально току зонда.

Атомный номер Z мало влияет на коэффициент вторичной эмиссии δ , при этом никакой систематической зависимости не наблюдается.

Полная вторичная эмиссия электронов складывается из эмиссии отраженных и вторичных электронов $\sigma = \delta + \eta$.

При увеличении энергии электронов зонда E_0 коэффициент полной вторичной эмиссии σ сначала растет, однако при дальнейшем увеличении энергии (обычно свыше нескольких сотен эВ), уменьшается. Это происходит оттого, что с увеличением E_0 область генерации вторичных электронов смещается вглубь. При этом вероятность того, что электроны с низкой энергией выйдут из образца, уменьшается по экспоненте.

4. Принцип работы РЭМ

Электронный зонд по точкам, линия за линией формируя растр, сканирует некоторую область на поверхности образца. Отсюда и название - растровый электронный микроскоп РЭМ, или сканирующий СЭМ, что ближе к общепринятому английскому названию - scanning electron microscope (SEM).

Ускоренные электроны зонда, падая на поверхность образца и проходя на некоторую глубину, взаимодействуют с атомами и электронами вещества в небольшом объеме вблизи точки падения. Это взаимодействие приводит к генерации нескольких видов излучений (рис.4):

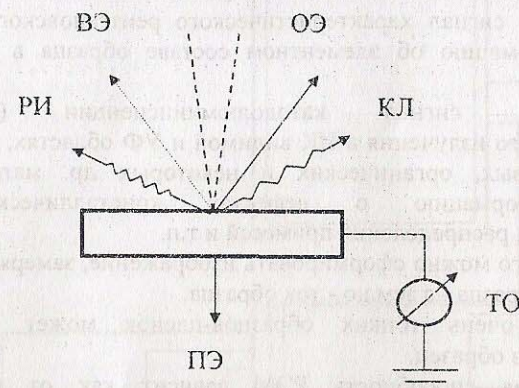


Рис.4. Излучения с поверхности образца под воздействием зонда

- эмиссии вторичных электронов (ВЭ);
- выходу упруго отраженных электронов (ОЭ);
- эмиссии Оже электронов;
- возникновению тормозного и характеристического рентгеновского излучения (РИ);
- выходу катодолюминисценции (КЛ).

Помимо этого возникает ток поглощенных электронов, стекающий с образца на землю -

- ток образца (ТО).
- А в случае очень тонких образцов -
- ток прошедших электронов (ТПЭ).

Регистрация различных видов излучения и их интенсивности дает информацию о физико-химических свойствах образца в микрообласти, которая генерирует это излучение.

Детектор излучения последовательно регистрирует сигналы, исходящие из зондируемых точек, усиливают их и выдают в виде электрических импульсов. Синхронно с перемещением зонда от точки к точке на экране монитора строится изображение в том или ином излучении, причем яркость каждой точки экрана модулируется интенсивностью сигнала с соответствующей точки образца. Увеличение микроскопа реализуется в процессе отображения растра сканирования на поверхности образца в подобный растр изображения на экране монитора. Увеличение определяется коэффициентом подобия этих растров, то есть отношением длины строки на экране монитора к длине строки на поверхности образца.

Для получения изображения топографии поверхности исследуемого объекта в РЭМ обычно используют эмиссию вторичных и отраженных электронов.

Величина эмиссии отраженных электронов, помимо этого, несет информацию о композиционной неоднородности плотности образца.

Регистрируя сигнал характеристического рентгеновского излучения, мы получаем информацию об элементном составе образца в области падения зонда.

Регистрируя сигнал катодolumинисценции (длинноволнового электромагнитного излучения в ИК видимой и УФ областях, характерного для полупроводниковых, органических и некоторых др. материалов), можно получить информацию о дефектах кристаллической структуры, неравномерности распределения примесей и т.п.

Помимо этого можно сформировать изображение, измеряя ток, стекающий с поверхности образца на землю - ток образца.

В случае очень тонких образцов-пленок может возникнуть ток, прошедший через образец.

Разрешающая способность РЭМ зависит как от конструктивных особенностей прибора, правильной юстировки электронно-оптической колонны, правильного подбора режима исследования, так и от типа используемого излучения и материала исследуемого образца.

Самое высокое разрешение изображения получается при использовании сигнала вторичных электронов.

5. Устройство РЭМ

В устройстве РЭМ условно можно выделить три основные системы: электронно-оптическую систему, систему формирования изображения; вакуумную систему. Схема РЭМ представлена на рис.5.

Рассмотрим кратко их назначение, устройство и принцип работы.

5.1. Электронно-оптическая система

Электронно-оптическая система предназначена для того, чтобы сформировать электронный зонд - тонко сфокусированный на поверхности образца электронный пучок.

Вся конструкция электронно-оптической системы подчинена тому, чтобы получить минимально возможный диаметр зонда, сохранив при этом максимально возможный ток.

Электронно-оптическая колонна состоит из электронной пушки, создающей стабильный пучок электронов - (Beam)- и системы электромагнитных линз, фокусирующих этот пучок в электронный зонд- (Probe).

Вся электронно-оптическая система находится под высоким вакуумом $\sim 1 \times 10^{-5}$ мм.рт.ст. ($1.00 \text{ e-}005 \text{ Torr}$).

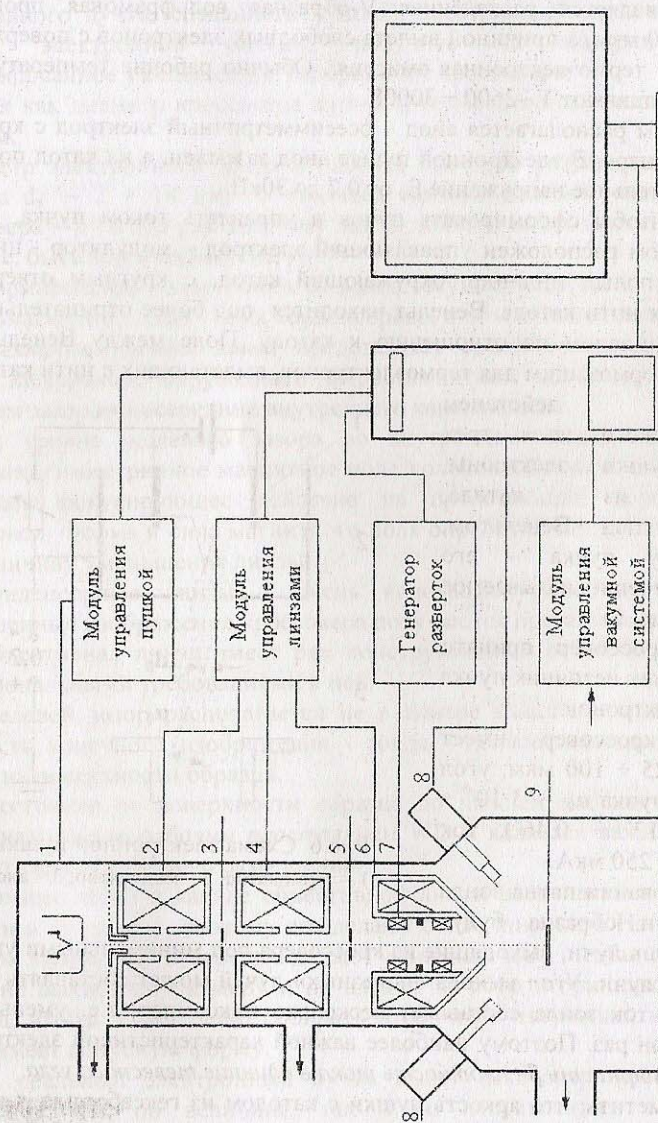


Рис.5. Схема растрового электронного микроскопа: 1 - электронная пушка; 2 - 1-ая конденсорная линза; 3 - полевая диафрагма; 4 - 2-ая конденсорная линза; 5 - апертурная диафрагма; 6 - объективная линза; 7 - отклоняющие катушки; 8 - детекторы сигналов; 9 - образец

Электронная пушка является стабильным источником электронов и предназначена для формирования электронного пучка.

Непосредственным источником электронов в пушке с вольфрамовым термокатодом является раскалённая V-образная вольфрамовая проволока диаметром ~ 100 мкм, а причиной вылета свободных электронов с поверхности катода является термоэлектронная эмиссия. Обычно рабочие температуры W термокатада составляют $T \sim 2600 \div 3000$ К.

Под катодом располагается анод – осесимметричный электрод с круглым отверстием в центре. В электронной пушке анод заземлен, а на катод подается высокое отрицательное напряжение E_0 от 0,2 до 30 кВ.

Для того чтобы сформировать пучок и управлять током пучка, между катодом и анодом расположен управляющий электрод – модулятор – цилиндр Венельта. Это полый цилиндр, окружающий катод, с круглым отверстием напротив острия нити катода. Венельт находится под более отрицательным ($0 \div 400$ В) потенциалом по отношению к катоду. Поле между Венельтом и катодом будет тормозящим для термоэлектронов, вылетающих с нити катода.

Под действием электростатического поля трех электродов пушки электроны, выходящие из катода, фокусируются под Венельтом, образуя шейку пучка – его минимальное сечение, называемое *кроссовером* (рис. 6).

Именно кроссовер принято рассматривать как источник пучка ускоренных электронов.

Обычно кроссовер имеет диаметр $d_0 \sim 25 \div 100$ мкм, угол расходимости пучка $\alpha_0 \sim 3 \cdot 10^{-3} \div 8 \cdot 10^{-3}$ рад. ($0,17^\circ \div 0,46^\circ$), ток пучка $I_n = 80 \div 250$ мкА.

В формировании пятна зонда на поверхности образца будут участвовать лишь лучи, выходящие из кроссовера под минимальными углами – параксиальные лучи. Угол выхода «полезных» лучей может составлять до 10^{-6} рад., при этом ток зонда составляет несколько пикоампер, т.е. уменьшается почти в миллион раз. Поэтому наиболее важной характеристикой электронной пушки является *яркость β* – плотность тока в единице телесного угла.

Следует отметить, что яркость пушки с катодом из гексаборида лантана в несколько раз больше, а яркость автоэмиссионной пушки на 2-3 порядка больше яркости пушки с термокатодом. Однако из-за необходимости более высокого вакуума 10^{-6} мм.рт.ст. для первого типа и 10^{-10} мм.рт.ст. для второго, и

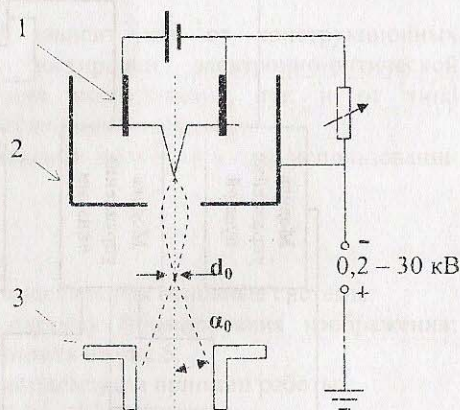


Рис.6. Схема электронной пушки:
1 – термокатод; 2 – модулятор; 3 – анод

некоторых других проблем пока эти пушки остаются менее распространенными.

Задача *электромагнитной линзовой системы* – сформировать из электронного пучка, созданного пушкой, электронный зонд, или, выражаясь языком электронной оптики, получить на поверхности образца сфокусированное уменьшенное изображение кроссовера.

Так как диаметр кроссовера пушки с термокатодом составляет $d_0 \sim 25 \div 100$ мкм,

а диаметр электронного зонда в режиме высокого разрешения должен быть порядка $d_z \sim 2 \div 10$ нм, то линзовая система должна уменьшить диаметр кроссовера $\sim 10\,000$ раз. Поэтому линзы должны иметь большую оптическую силу, т.е. быть короткофокусными.

Формирование электронного зонда осуществляется с помощью трех электромагнитных линз – двух конденсорных и объективной линзы.

Электромагнитная линза представляет собой соленоид, коаксиальный пучку электронов, окруженный ферромагнитной оболочкой с кольцевым щелевым зазором посередине внутреннего канала линзы.

На уровне щелевого зазора во внутреннем канале линзы создается аксиально-симметричное магнитное поле колоколообразной формы, которое и оказывает фокусирующее действие на пролетающий через него поток электронов. Форма и сила магнитного поля определяют фокусное расстояние и т.о. величину уменьшения линзы.

Конденсорные линзы – очень короткофокусные, и промежуточные уменьшенные изображения кроссовера получаются прямо в канале линз.

Объективная линза имеет ряд конструктивных отличий, обусловленных функциональными требованиями к ней.

Щелевой зазор располагается не в центре канала, а в самом низу, т.к. плоскость конечного изображения – зонда – должна находиться вне канала линзы, на поверхности образца.

Расстояние от поверхности образца до нижней плоскости объективной линзы называется *рабочим расстоянием WD* и является важным параметром для достижения высокого разрешения.

Помимо этого в канале объективной линзы располагаются отклоняющие катушки и стигматор, поэтому его делают более широким. Напротив, диаметр нижнего выходного отверстия делают минимальным, чтобы магнитное поле линзы не выходило в камеру и не влияло на сбор вторичных электронов. И наконец, чтобы эффективно собирать вторичные излучения, нижняя сторона линзы имеет конусную форму.

Т.к. реальный электронный пучок имеет некоторый разброс скоростей электронов, как по величине, так и по направлению, т.е. пучок не монохроматичен и не параксиален, то каждая линза вносит искажения в изображение, называемые *абберациями*. Различают четыре вида аббераций: сферическая; хроматическая; дифракция; астигматизм. Для РЭМ важно то, что все абберации значительно увеличивают диаметр зонда.

Сферическая и хроматическая aberrации линз быстро возрастают с увеличением фокусного расстояния, увеличением угла расходимости пучка и снижением ускоряющего напряжения. Для уменьшения угла расходимости электронного пучка ставятся полевые и апертурная диафрагмы.

Астигматизм связан с асимметрией реального магнитного поля линз. С помощью стигматора, расположенного в канале объективной линзы и создающего слабое магнитное поле, мы можем проводить коррекцию астигматизма.

В то же время следует отметить, что электромагнитные линзы обладают значительно меньшими aberrациями, чем электростатические линзы.

Вопрос об уменьшении или компенсации aberrаций является одним из наиболее важных вопросов электронной оптики.

5.2. Система формирования изображения

Система формирования изображений состоит из:

- отклоняющей системы;
- детекторов излучений;
- усилителей;
- системы обработки сигнала;
- видеоконтрольного устройства.

Отклоняющая система состоит из двух рядов отклоняющих катушек – верхнего и нижнего – по 4 катушки в каждом ряду. Оси катушек ряда взаимно перпендикулярны и расположены в плоскости, перпендикулярной оптической оси колонны. Одна пара катушек ряда перемещает зонд вдоль строки (оси X), другая пара смещает строку в перпендикулярном направлении – по кадру (по оси Y).

Назначение «двойной» отклоняющей системы состоит в том, чтобы перемещать зонд по поверхности образца, находящейся значительно ниже отклоняющей системы. Первый ряд катушек отклоняет луч от оптической оси на угол θ , второй ряд поворачивает ход этого луча к оптической оси, отклоняя его в обратном направлении на угол 2θ . При этом все отклоненные лучи пересекают оптическую ось в одной и той же точке. Ниже этой точки, уже в камере, ничто не будет ограничивать ход отклоненного луча (рис. 7).

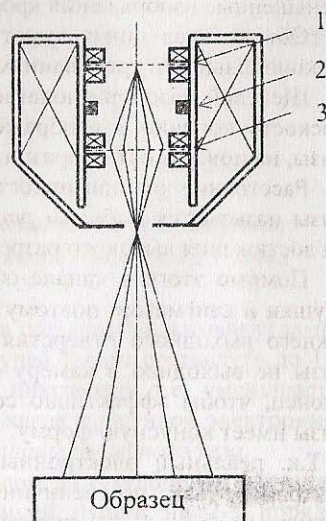


Рис.7. Объективная линза:

1,3 –отклоняющие катушки; 2 –стигматор

Зонд, перемещаясь по образцу, движется не равномерно вдоль строки, а как бы перескакивает с точки на точку, задерживаясь в каждой точке на какое-то время t , определяемое скоростью развертки. Пока зонд стоит в данной точке образца, с неё идут индуцированные излучения (сигналы), которые фиксируются соответствующими детекторами. Очень важным является то, что излучение с точки прекращается практически одновременно с уходом зонда на следующую точку. Это означает, что даже при самых больших скоростях развертки сигналы от соседних точек не смешиваются, а следуют друг за другом отдельными импульсами.

Детекторы излучений. В рамках данного семинара мы рассмотрим только детектор вторичных и отраженных электронов. Для этих целей чаще всего используется **детектор Эверхарта-Торли**. Конструкция детектора представлена на рис. 8.



Рис.8. Детектор эмиттированных электронов Эверхарта – Торли

Под действием ускоряющего поля, создаваемого потенциалом коллектора, вылетающие с образца в различных направлениях медленные, низко энергетичные вторичные электроны изменяют свои траектории и направляются к сцинтиллятору.

Изменить траектории быстрых, высокоэнергетичных отраженных электронов поле коллектора не может, и в коллектор попадают только отраженные электроны, изначально летевшие в данном направлении. Из-за малого угла сбора сцинтиллятора и направленности излучения доля отраженных электронов в регистрируемом сигнале, обычно составляет не более 5%.

Ускоряющим напряжением 10 кВ, поданным на сцинтиллятор, электроны разгоняются до энергий, достаточных, чтобы вызвать вспышку сцинтиллятора при попадании на него. Световой импульс по световоду попадает на фотокатод ФЭУ, где преобразуется в электрический сигнал и усиливается. ФЭУ обладают огромными коэффициентами усиления и малым шумом.

Формирование контраста. Мы говорим, что между двумя точками изображения существует контраст, если сигнал в этих точках различен по величине. Различают два этапа формирования сигнала, на которых возникают эти различия: 1) взаимодействие зонда с образцом – различный выход сигнала; 2) различное поведение эмитированных электронов после выхода – различие при сборе. В соответствии с этим различают два типа контраста:

- чисто количественный контраст;

- чисто траекторный контраст.

Часто контраст имеет одновременно как количественную, так и траекторную составляющую.

Механизмы формирования контраста – это физические причины, приводящие к появлению различия в количестве или траектории движения вторичных и отраженных электронов.

Т.к. в обычном режиме детектор Эверхарта-Торли регистрирует суммарный сигнал вторичных и отраженных электронов, то на изображении будут проявляться контрасты, присущие обоим видам излучения.

Контраст, зависящий от атомного номера Z .

Вспомним, что коэффициент отражения электронов η увеличивается с увеличением атомного номера Z . Следовательно, с элементов изображения, принадлежащих фазам с большим атомным номером, будет вылетать больше отраженных электронов, чем с точек, расположенных на фазах с меньшим атомным номером. Поэтому на экране монитора эти фазы будут выглядеть светлее, чем фазы лёгких элементов. Зависимость величины тока эмиссии от Z характерна только для отраженных электронов. Но т.к. их доля в регистрируемом сигнале мала, то этот контраст будет проявляться лишь при значительной разнице в атомном номере. Контраст, связанный с атомным номером, является чисто количественным контрастом.

Топографический контраст – это контраст, обусловленный зависимостью величины сигнала от рельефа поверхности (рис.9).

Увеличение количества вылетающих электронов с ростом угла наклона поверхности относительно зонда характерно как для отраженных, так и для вторичных электронов. Т.е. грани, расположенные под большим углом, должны выглядеть ярче. Это количественный контраст.

Т.к. грань 2 и грань 3 наклонены под одним углом относительно зонда, то на изображении они должны

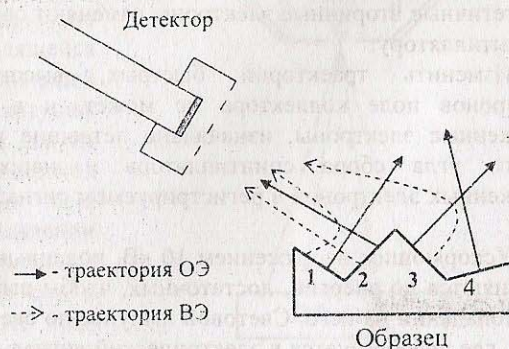


Рис.9. Топографический контраст в отраженных и вторичных электронах

иметь одинаковую яркость. Это было бы справедливо, если бы контраст формировался только вторичными электронами, которые затягиваются в детектор даже с отвернутых от него граней.

Для упруго отраженных электронов преобладающим в этом случае будет траекторный контраст – электроны, отраженные от грани 1 и 3, вообще не попадут в детектор и они будут выглядеть черными.

В смешанном изображении тени на отвернутых гранях частично сохраняются. Т.о., топографический контраст в режиме регистрации вторичных и упруго отраженных электронов содержит в себе как количественную, так и траекторную составляющую.

Характеристики сигналов

Сигналом (S) при получении топографии поверхности является количество вторичных и отраженных электронов (n), попадающих в детектор с точки образца за время формирования импульса t , т.е. $S = n$.

При многократном сканировании количества электронов с той же точки образца будет колебаться вокруг некоторой средней величины n_{cp} .

Случайные отклонения сигнала от своей средней величины называются шумом (N). Величина отклонения от среднего значения определяется формулой $N = (n_{cp})^{1/2}$. Шум не несет полезной информации и ухудшает качество сигнала.

Мерой качества сигнала является *отношение сигнала к шуму* – S/N .

$$S/N = n_{cp} / (n_{cp})^{1/2} = (n_{cp})^{1/2}.$$

Чем больше соотношение S/N , тем лучше качество сигнала. Для улучшения соотношения S/N мы должны повышать сигнал.

Уменьшить шум или избавиться от него в процессе преобразования сигнала невозможно, можно лишь улучшить соотношение S/N .

Для характеристики изменения сигнала вводят понятие **контрастность** изображения. Мерой контрастности является контраст (C).

Контраст равен отношению изменения сигнала между двумя точками к его среднему значению. $C = \Delta S / S_{cp}$.

Чем меньше контраст, тем больший сигнал надо иметь, чтобы его заметить. На экране монитора глаз может различить в среднем 16 градаций уровня серого. Важно понимать, что очень часто мы не видим (не разрешаем) мелких деталей структуры поверхности образца не из-за того, что диаметр зонда больше размеров этих элементов, а из-за того, что разность между сигналами от соседних элементов, то есть естественный контраст образца, мал и мы не заметим его на экране монитора.

Методы обработки сигнала

Обработкой сигнала называются различные технические методы, повышающие четкость сигнала, увеличивающие информативность изображения.

Рассмотрим основные методы обработки сигнала.

1. Подавление постоянной составляющей.

Обычно сигнал имеет какой-то постоянный уровень для всех элементов изображения и переменную составляющую, характерную для каждого элемента изображения.

На экране мы будем иметь общую яркость по всем точкам сканируемого раstra, определяемую постоянной составляющей сигнала, и небольшую контрастность, определяемую переменной составляющей сигнала в соответствии с естественной контрастностью образца.

С помощью метода подавления постоянной составляющей большая часть постоянной составляющей вычитается из сигнала, а разностный сигнал усиливается до перекрытия максимально возможного диапазона градации яркости монитора.

2. Нелинейное усиление сигнала - γ коррекция.

Иногда сигнал перекрывает весь динамический диапазон яркости экрана, но основная информация или интересующие детали лежат в узком диапазоне изменения сигнала.

Эффективным методом обработки сигнала в данном случае будет нелинейное усиление - γ коррекция.

$$S_{\text{вых}} = S_{\text{вх}}^{1/\gamma}$$

Выбирая соответствующую γ , можно избирательно расширить нижние или верхние области градации серого.

3. Режим Y -модуляции. Обычно применяется для графической прорисовки изменения интенсивности сигнала вдоль линии сканирования. Y -модуляция полезна для обнаружения малых уровней контраста, которые не были бы видны для глаза на изображении при модуляции интенсивности.

4. Подавление шумов. Все мероприятия, приводящие к улучшению соотношения сигнал/шум, являются методами подавления шумов.

На нашем приборе имеется два электронных метода подавления шумов - два метода усреднения: усреднение по кадру (Frame Average) и усреднение по строке (Line Average)

В первом методе, выбирая коэффициент усреднения N , мы можем задавать, сколько изображений будет сохраняться в памяти и усредняться. Во втором методе каждая строка сканируется подряд N раз и усредняется. Чем больше коэффициент N , тем менее шумной будет картинка.

6. Обсуждение особенностей подготовки образцов и режимов исследования для получения максимальной разрешающей способности

Задачей нашего тренинга является приобретение практических навыков получения изображения топографии поверхности с максимальным разрешением двух образцов разного типа.

Образец №1. Наночастицы Ag, осажденные на Si подложку;

Образец №2. Полимерная пленка с включением наночастиц Si.

6.1. Требования к образцам

Необходимым условием получения высокого разрешения является надежный электрический контакт образца со столиком-держателем. Поэтому крепление образцов надо проводить с помощью токопроводящего клея, токопроводящего скотча или обеспечить токопроводящую дорожку от исследуемой поверхности на подложку.

•**Обсуждение.** Как на изображении проявится плохой контакт с держателем?

Токопроводящие образцы могут исследоваться в РЭМ без предварительной подготовки. Единственным обязательным условием является тщательное обезжиривание загрязненных поверхностей.

•**Обсуждение.** К чему приведут углеводородные загрязнения?

При исследовании диэлектрических или плохо проводящих образцов на их поверхность методом термического испарения в вакууме напыляют тонкую (10 - 20 нм) токопроводящую пленку.

•**Обсуждение.** Какими свойствами должна обладать токопроводящая пленка? Какую еще функцию выполняет токопроводящая пленка?

•**Обсуждение.** Чем различается пробоподготовка образца №1 и №2?

6.2. Подбор режимов исследования

Важнейшими параметрами РЭМ, которые влияют на качество изображения, являются: ускоряющее напряжение (EHT), рабочее расстояние (WD), зондовый ток (I Probe). Настройка этих параметров выбирается в зависимости как от свойств образца, так и от целей проводимых исследований.

•**Обсуждение.** Качественно оценить естественный контраст образцов, чувствительность к пучку и величину области рассеяния.

Приведем таблицу настройки оптимальных параметров для определенной задачи. Отметим, что эта таблица не учитывает свойства образца и то, что часто приходится одновременно решать несколько задач. Часто свойства образца не позволяют добиться максимального разрешения.

Оптимально	Разрешение	Соотношение сигнал/шум	Глубина резкости	Обзорное увеличение
Ускоряющее напряжение (EHT)	↑	↑	↑	↓
Рабочее расстояние (WD)	↓	↓	↑	↑
Зондовый ток (I Probe)	↓	↑	↓	↑
Размер диафрагмы (Aperture Size)	↓	↑	↓	↑

•**Обсуждение.** Определить, какая задача при исследовании данных образцов будет приоритетной?

Для улучшения соотношения S/N мы должны повышать сигнал. Это можно сделать тремя способами: либо повышая ток зонда, либо время регистрации электронов с точки элемента изображения, либо то и другое одновременно. Эти методы хороши при исследовании металлических образцов или образцов с напыленным токопроводящим покрытием.

Если же исследуются чувствительные к пучку или же заряжающиеся образцы, то увеличение энергетической нагрузки может привести к повреждению поверхности или сильной зарядке образца.

В этих случаях подавление шумов проводят с помощью компьютерных методов усреднения.

Чем больше коэффициент усреднения N, тем менее шумной будет картинка. Однако если образец сильно заряжается, может происходить смещение зонда. Изображение кадр от кадра будет смещаться, и усредненная картинка получится расплывчатой.

•**Обсуждение.** Определить, какой метод повышения сигнала оптимален для образца №1 и образца №2.

7. Инженерный тренинг по получению изображения образцов наноматериалов

Ознакомиться с расположением основных узлов РЭМ EVO 40 фирмы ZEISS

Перед началом работы проверить правильность подвески колонны.

Привести прибор в рабочее состояние нажатием зелёной кнопки ON на передней панели прибора.

Запустить операционную среду LEO 32. Ознакомиться с PopUp-меню, панелью инструментов и строкой состояния, через которые можно настраивать все функции и параметры.

Напустить в камеру воздух. Выдвинуть вперёд дверцу камеры с предметным столом.

Ознакомиться с устройством камеры образцов, расположением детекторов и работой моторизованного предметного столика.

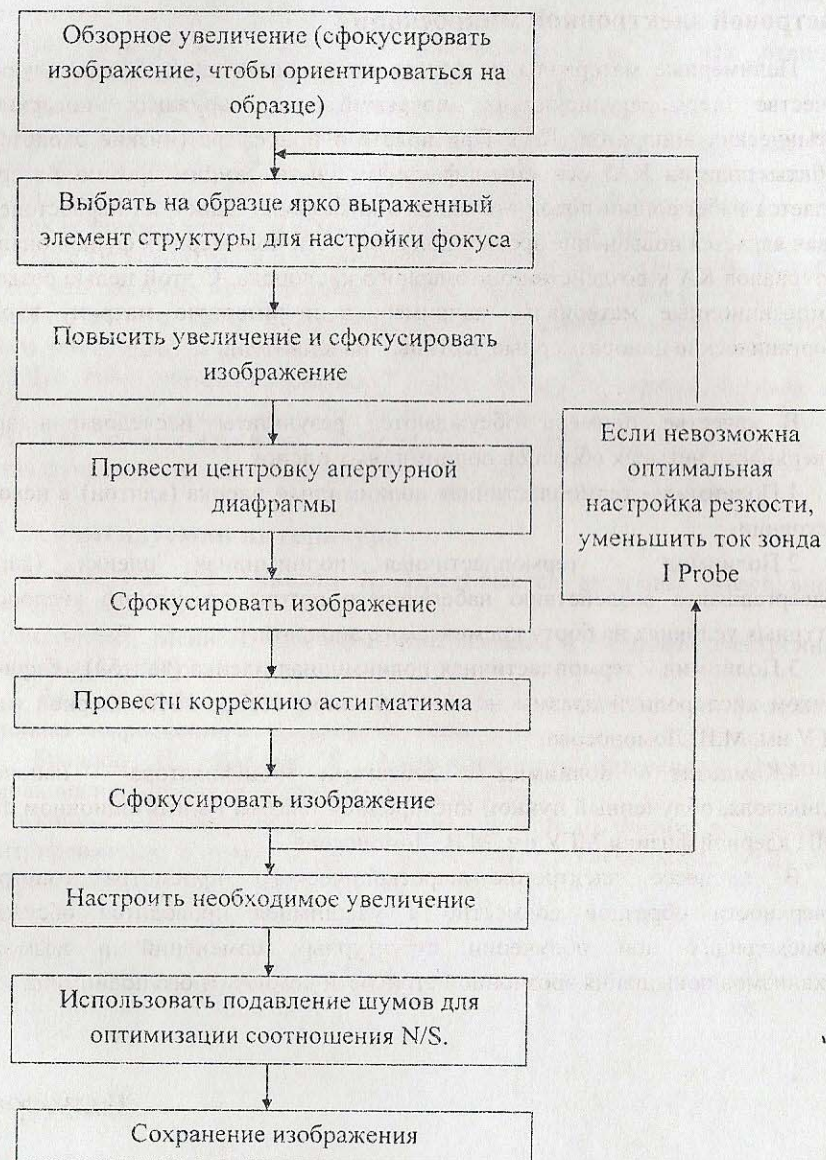
Установить столики-держатели с образцами на предметный стол. Закрепить их стопорными винтами.

Закрывать дверцу и провести откачку камеры до рабочего вакуума.

В соответствии с поставленной задачей выставить первоначальные значения ускоряющего напряжения (EHT), зондового тока (I Probe) и рабочего расстояния (WD).

Подать ускоряющее напряжение. После включения прибора настроить ток накала и провести центровку катода. В течение работы необходимо повторное центрирование катода.

Пошаговая схема получения оптимального качества изображения



Пример исследования изменения структуры функциональных наноматериалов космической техники методом растровой электронной микроскопии

Полимерные материалы на основе полиимидов широко используются в качестве терморегулирующих покрытий на наружных поверхностях космических аппаратов (КА). При полете в ионосфере (низкие околоземные орбиты полетов КА) основным фактором, вызывающим эрозию материала, является набегающий поток атомарного кислорода. Одной из первоочередных задач является повышение эрозионной стойкости полимерных функциональных материалов КА к воздействию атомарного кислорода. С этой целью создаются композиционные материалы, например, в полимерную матрицу вводятся неорганические наноразмерные частицы - наполнители.

В качестве примера обсуждаются результаты исследования эрозии поверхности четырех образцов полиимидных пленок.

1. Полиимид - термопластичная полиимидная пленка (каптон) в исходном состоянии.

2. Полиимид - термопластичная полиимидная пленка (каптон), подвергавшаяся воздействию набегающего потока атомарного кислорода в натуральных условиях на борту космического аппарата.

3. Полиимид - термопластичная полиимидная пленка (каптон), облученная пучком кислородной плазмы на имитационном стенде НИИ ядерной физики МГУ им. М.В. Ломоносова.

4. Композит - полиимид с добавками модификатора - наночастиц силиказоля, облученный пучком кислородной плазмы на имитационном стенде НИИ ядерной физики МГУ им. М.В. Ломоносова.

В процессе электронно-микроскопического просмотра топографии поверхности образцов совместно с учащимися проводится обсуждение происходящих при облучении структурных изменений и возможных механизмов повышения эрозионной стойкости композитного полиимиды.

8. Контрольные вопросы

1. На каких физических явлениях основывается принцип работы РЭМ?
2. Для чего предназначена и как устроена электронная пушка с термокатодом? Что такое кроссовер, яркость пушки?
3. Что представляет собой электромагнитная линза? В чем отличие конденсорной линзы от объективной? Что такое аберрации линз?
4. Объясните принцип действия детектора Эверхарта-Торнли?
6. Расскажите о взаимодействии электронного зонда с веществом. Что такое область рассеяния? От чего зависит форма и размер области рассеяния?
7. Как возникает и от чего зависит эмиссия отраженных электронов?
8. Как возникает и от чего зависит эмиссия вторичных электронов?
9. Какие типы контраста и механизмы формирования контраста вы знаете?
10. В чем различие изображения во вторичных электронах и в отраженных?
11. Как должны быть настроены основные параметры прибора, чтобы получить максимальное разрешение?
12. Что такое обработка сигнала? Какие методы обработки сигнала вы знаете?
13. Как влияют факторы космического пространства на структуру и свойства функциональных материалов КА?

9. Рекомендуемая литература

1. Гоулдстейн Дж., Якович Х. Практическая растровая электронная микроскопия. М., 1978.
2. Морис Ф., Мени Л., Тиксье Р. Микроанализ и растровая электронная микроскопия. М., 1985.
3. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. М., 2008.
4. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. Техносфера. Москва, 2006.
5. Акишин А.И., Бондаренко Г.Г., Быков Д. В. и др. Физика воздействия концентрированных потоков энергии на материалы. Учебник.-М.: УНЦ ДО МГУ, 2004, 418 с.

Учебное издание

Исследование топографии поверхности функциональных наноматериалов
методом растровой электронной микроскопии

Составители: БОНДАРЕНКО Геннадий Германович
ГАЙДАР Анна Ивановна

Редактор Е.С. Резникова

Технический редактор О.Г.Завьялова

Подписано в печать 05.04.2011. Формат 60×84/16.

Бумага офсетная №2. Ризография. Усл.печ.л. 1,5.

Уч.-изд. л. 1,3. Изд. №34. Тираж 50 экз. Заказ 85 .

Бесплатно.

Московский государственный институт электроники и математики.

109028, Москва, Б.Трехсвятительский пер., 3/12.

Отдел оперативной полиграфии Московского государственного
института электроники и математики.

115054, Москва, ул. М. Пионерская, 12.