

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
МОСКОВСКИЙ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ  
(ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ)

ОТЧЁТ ПО НИР

на тему:

ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ.  
КАЛИБРОВКА ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА.  
ИЗМЕРЕНИЕ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ ОБЪЕКТОВ.

Москва, 2015

## СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы

\_\_\_\_\_ Зарубин Сергей

подпись, дата

Исполнители темы

\_\_\_\_\_ Д.В. Додонов

подпись, дата

\_\_\_\_\_ А.А. Сапегин

подпись, дата

\_\_\_\_\_ А.А. Елисеев

подпись, дата

\_\_\_\_\_ А.С. Калмыков

подпись, дата

## Реферат

Отчет 15 с., 12 рис., 2 табл.

Цель работы: Получение первичных навыков работы за просвечивающим электронным микроскопом, изучение способов определения масштабного коэффициента для требуемых увеличений, изучение способов измерения линейных размеров исследуемых объектов.

Данная работа посвящена изучению основных принципов работы просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) и получению изображений в ПЭМ в различных режимах его работы. Кроме того, исследуются источники неопределенностей при получении изображений, и оцениваются величины погрешностей.

Работа состоит из следующих частей:

- изучение устройства и принципа работы ПЭМ;
- изучение методов подготовки образцов;
- расчет масштабного коэффициента для различных увеличений;
- ширину исследуемой структуры;

## **Введение**

Одним из самых высокоразрешающих методов измерений является просвечивающая электронная микроскопия. Главным преимуществом ПЭМ является то, что данный метод является прямым, т.е. электроны, прошедшие сквозь образец попадают прямо на люминофор камеры, либо на фотопленку. В этом смысле просвечивающая электронная микроскопия по принципу формирования изображения во многом похожа на оптическую микроскопию. Таким образом, возникает только ошибка, связанная с пикселизацией изображения, в отличие, например, от РЭМ, где ошибки вносятся при работе различных электронных схем (неортогональность сканирования, нелинейность шкал и т.д.). Конечно же, существуют и физические факторы, ограничивающие разрешение микроскопа – в современных ПЭМ основным фактором является сферическая абберация. Основной недостаток – необходимость специальной подготовки образцов – утонения до нескольких сотен нанометров, т.е. разрушения объекта, после чего его невозможно использовать в дальнейшем.

# 1 Устройство, принцип работы просвечивающего электронного микроскопа

## 1.1 Общие сведения

Основной частью просвечивающего электронного микроскопа является колонна. Колонна (рисунок 1.1.1) состоит из осветителя, системы электромагнитных линз, дефлекторов, набора диафрагм, камеры наблюдения и фотокамеры. Осветитель формирует электронный пучок и состоит из электронной пушки, серии конденсорных линз, анодной трубки и набора диафрагм. Осветитель может формировать электронные пучки разного диаметра, диаметр самого узкого пучка может составить  $\sim 10$  нм, что позволяет получить дифракцию от локальной области такого же диаметра в режиме микролучевой дифракции.

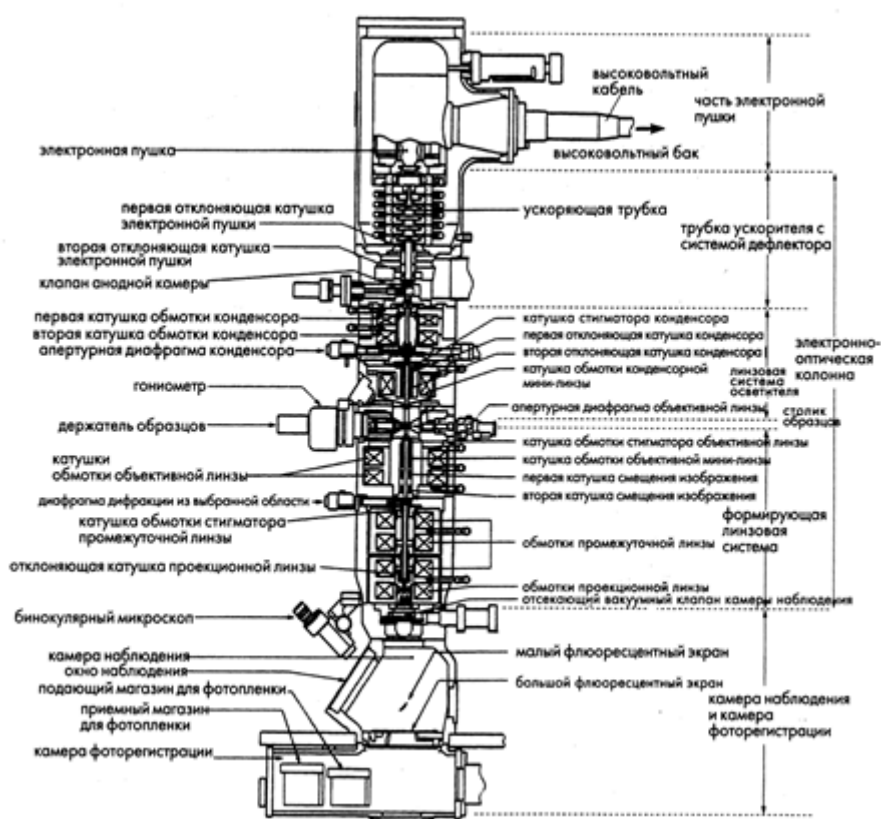


Рисунок 1.1.1 – Схема электронной колонны ПЭМ

В электронной пушке источником электронов является катод. Долгое время в микроскопах использовались только V-образные вольфрамовые катоды. На современные микроскопы устанавливают катоды из гексаборида лантана ( $\text{LaB}_6$ ) и катоды термо- и холодной полевой эмиссией. Катоды из гексаборида лантана имеют большую яркость по сравнению с вольфрамовыми термоэмиссионными катодами. Катоды с полевой эмиссией отличаются с высокой когерентностью и яркостью электронного пучка.

Основной из электромагнитных линз является объективная линза. Электронный пучок, прошедший через объект и рассеянный, объективной линзой формируется в изображение.

Объективная линза является короткофокусной (несколько мм) и имеет небольшое увеличение (примерно 25-200) и от нее зависит качество получаемого изображения. Объективная линза имеет абберации. Самой значимой является сферическая. Объективная линза может вносить в изображении астигматизм, который может (и должен) быть скорректирован при помощи стигматора. Диафрагма объективной линзы расположена на задней фокальной плоскости объективной линзы.

Далее, полученное изображение увеличивается промежуточными линзами и проецируется проекционной линзой на экран или фотопленку. В последних моделях микроскопов изображения выводятся на монитор компьютера при помощи цифровых ПЗС камер. Управляя токами промежуточных и проекционной линз можно получить увеличенное изображение объекта и прямое увеличение может составить до миллиона раз и более.

Механизм формирования контраста в электронной линзе такой же, как формирование контраста в геометрической оптике с оптическими линзами. На рисунках 1.1.2-1.1.3 показан ход лучей в просвечивающем электронном микроскопе.

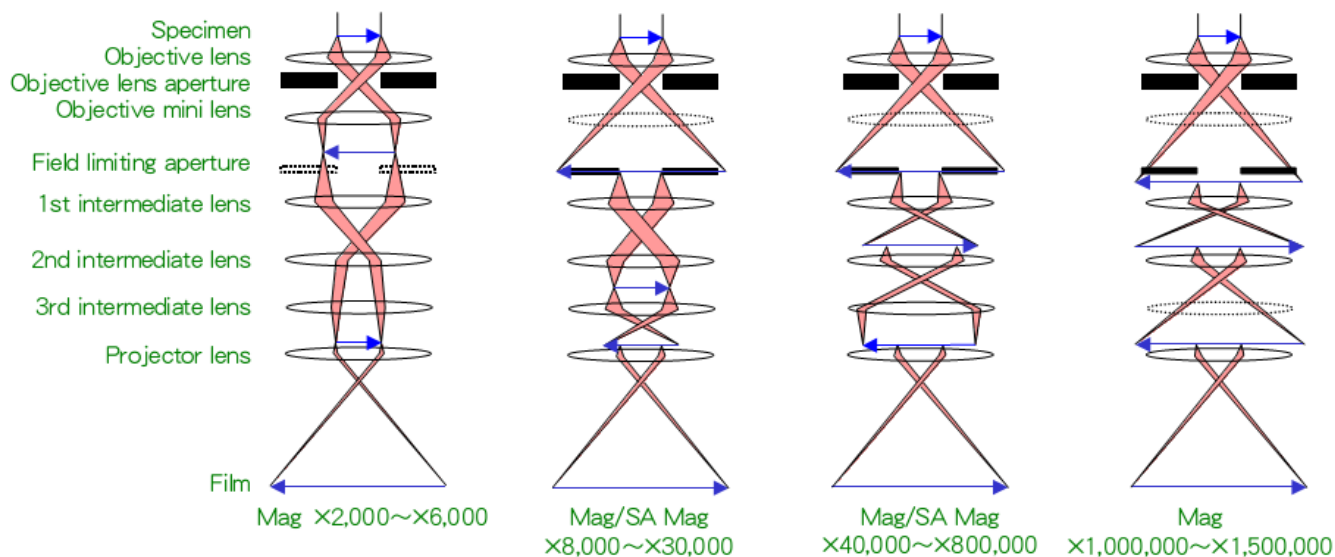


Рисунок 1.1.2 – Ход лучей в режиме изображения

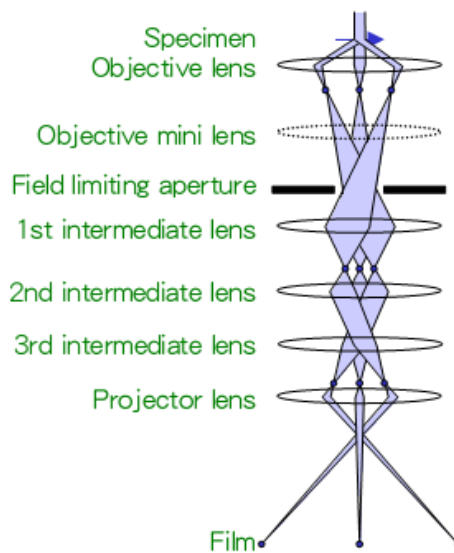


Рисунок 1.1.3 – Ход лучей в режиме дифракции

## 1.2 JEOL JEM-2100

Образцы исследовались в ПЭМ JEOL JEM-2100, изображенном на рисунке 1.2.1. Основные характеристики прибора:

- максимальное ускоряющее напряжение – 200кВ;
- источник электронов – катод из гексаборида лантана;
- увеличение до 1500000х;
- минимальный диаметр пучка – 20нм (режим ultra high resolution);
- 4 электромагнитных линзы в «осветителе» (1st CL, 2nd CL, 3rd CL, and condenser mini lens), 6 линз в системе формирования изображения (objective lens, objective mini lens, 1st intermediate lens, 2nd intermediate lens, 3rd intermediate lens, projector lens);
- вакуум порядка  $10^{-5}$  Па (в камере с образцом);



Рисунок 1.2.1 – Общий вид ПЭМ JEOL JEM-2100



## 2 Методы приготовления образцов для ПЭМ исследований

Выбор метода приготовления зависит от целей и задач исследований и состояния материала. Образец для электронно-микроскопических исследований должен быть тонким и, в основном, необходимая толщина зависит от энергии электронов и атомных номеров элементов в образце. Образец должен быть такой толщины, чтобы через него проходило такое количество электронов, чтобы изображение образца было интенсивным, для того чтобы просматривать его на экране или зарегистрировать. Требование к толщине является основным ограничивающим фактором в структурных исследованиях применения методов просвечивающей электронной микроскопии. Также важным является то, что выбранный метод не должен вносить изменения в структуру исследуемого образца. Далее будут перечислены основные способы подготовки.

1) Наиболее простым способом является **препарирование порошкообразных образцов**. При «сухом» способе, порошок определенным образом помещают на предметную сетку (рисунок 2.1) с аморфной углеродной пленкой. Например, порошок насыпают на предметную сетку и встряхивают. При встряхивании плохо прилипшие частицы удаляются. При «влажном» препарировании из порошка готовят суспензию. Жидкость в суспензии должна быть инертна относительно порошка. Полученную суспензию различными способами переносят на предметную сетку с аморфной углеродной пленкой (например, при помощи пипетки или ультразвукового диспергатора).

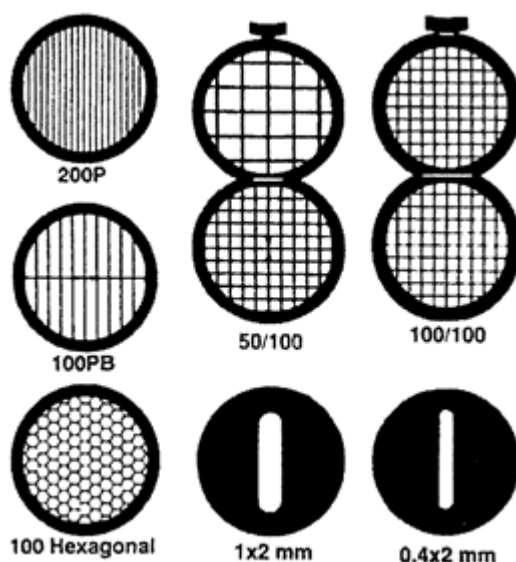


Рисунок 2.1 – Примеры предметных сеток

2) Распространенным методом приготовления проводящих массивных образцов является **метод электрохимической полировки** (рисунок 2.2). Одна из разновидностей этого метода – струйная полировка. При этом продукты реакции уносятся и образец охлаждается струей электролита и в итоге получают образцы с большими полями для исследований. Для этого

метода из массивного образца вырезаются диски диаметром 3 мм и механически утоняются до необходимой толщины. Для каждого материала состав электролита и режимы полировки тщательно подбираются.

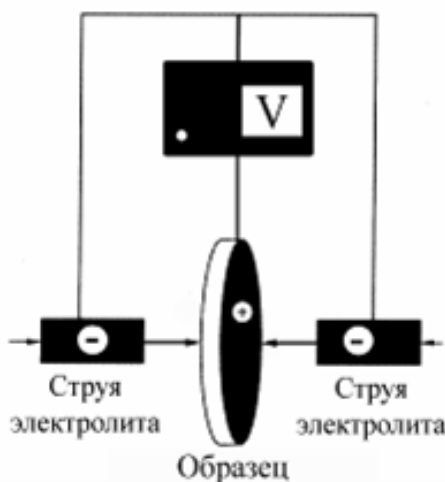


Рисунок 2.2 – Принцип работы установки для электрохимической полировки

3) Для непроводящих образцов, для образцов с сильной неоднородностью, когда имеется избирательность травления при электрохимической полировке, для образцов при наличии в них трещин и пор, и, в особенности, для получения ультратонких образцов используется **ионно-лучевое утонение** (рисунок 2.3).

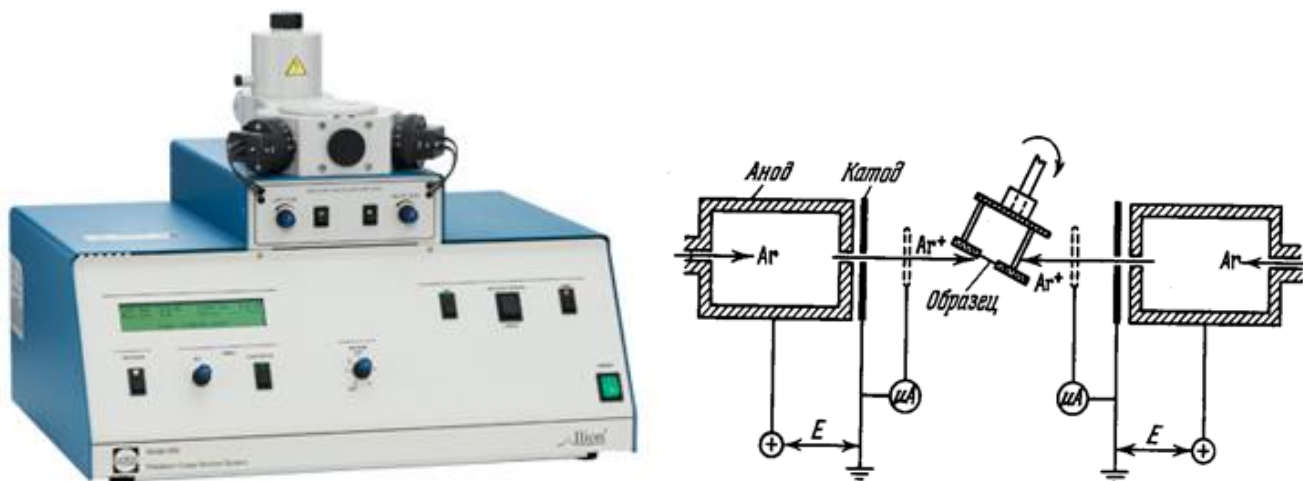


Рисунок 2.3 –Прибор ионно-лучевого утонения Gatan (слева) и его принципиальная схема (слева)

При этом способе образец утоняется при помощи бомбардировки ионами инертных газов. Максимальная скорость травления материала при ионно-лучевом утонении не превышает 50 мкм в час. Как и в случае электрохимической полировки, образцы должны предварительно механически утоняться. Для равномерной обработки образец в процессе утонения вращается. На начальном этапе утонения угол падения пучка на образец может составить около 30°, ускоряющее напряжение

– 6-7 кВ. По мере утонения ускоряющее напряжение и угол падения пучка уменьшаются и в конце утонения составляют 1-2° и 1-1,5 кВ.

4) Зачастую требуется исследовать поперечную структуру образцов. Для этого каким-либо методом (например с помощью вырезания микротомом или травления фокусированным ионным пучком) изготавливаются **поперечные срезы** (см. рисунок 2.4), затем склеиваются с прокладками и помещаются на специальную предметную сетку. Основным методом для приготовления образцов из композитных материалов и биологических объектов является получение ультратонких срезов при помощи ультрамикротома. В качестве резака используется ножи из специального стекла или алмазные ножи.

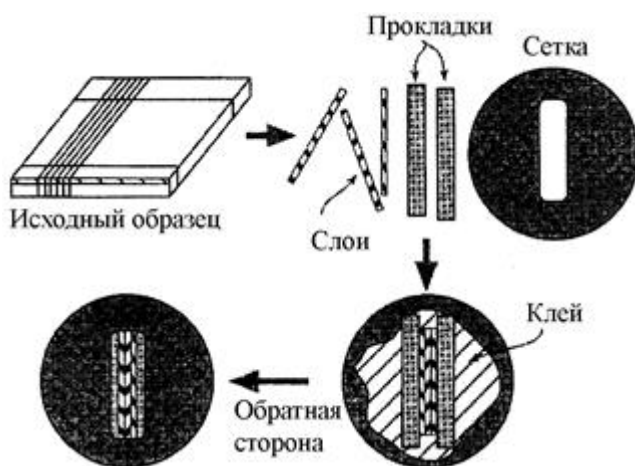


Рисунок 2.4 – Способ изготовления поперечного среза

5) Для исследований можно использовать **готовые тонкие пленки**, определенным образом нанесенные на подложку. В данной работе использовалась структура, представляющая собой тонкую пленку SiO<sub>2</sub> толщиной в несколько десятков нанометров с нанокластерами золота на подложке из монокристалла NaCl. При аккуратном погружении в воду, пленка отделяется от подложки (рисунок 2.5) и остается на поверхности за счет сил поверхностного натяжения. Затем, пленка извлекается с помощью предметной сетки, высушивается, и из полученной структуры вырезается диск диаметром в 3 мм, который в дальнейшем помещается в держатель образца.

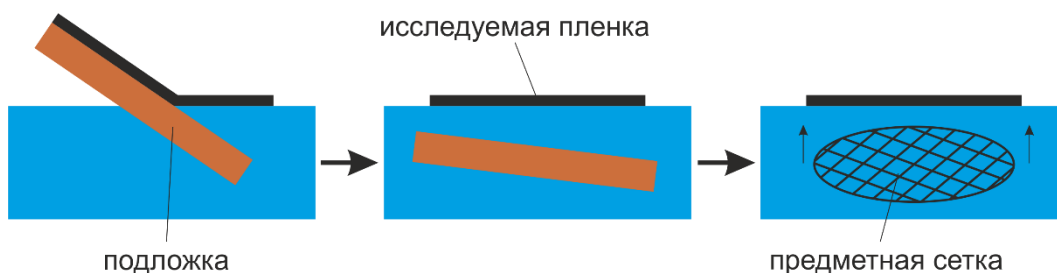


Рисунок 2.5 – Способ подготовки тонкой пленки

### 3. Ход работы

Масштабный коэффициент вычислили следующим образом:

- С помощью программы ImageJ получим Фурье-образ (функция FFT) кристаллической решетки кремния при разных увеличениях (от 120к до 800к)
- С помощью функции Find Maxima (Рис.3.1) искали положения рефлексов и получили их координаты.
- Получили значения межплоскостных расстояний в пикселях.
- Зная расстояние между плоскостями в кремнии и индексы Миллера (Рис.3.1), соответствующие этим рефлексам, получили масштабные коэффициенты для различных увеличений (Таблица 1)

Для измерения ширины структуры, изображенной на Рис. 3.3, воспользуемся следующим методом:

- Проведем параллельные прямые так, чтобы они наилучшим образом совпадали с границами структуры. Прямые проведем в программе Mathematica.
- Измерим расстояние между полученными прямыми.
- Переведем расстояние с помощью масштабного коэффициента в нанометры (Таблица 2, Рис.3.4)

Таблица 1

Увеличение	800	600	500	400	300	250	200	150_16	150_10	120
M, pixel/nm	68,43	51,51	43,74	34,92	26,322	21,834	17,118	12,948	13,068	10,371

Погрешность определения M составляет 3% и определяется в основном нестабильностью микроскопа.

Таблица 2

№ измерения	12	13	14	15
Ширина, pixel	998.9	994.9	976.7	983.2
Ширина, nm	76.8	76.5	75.1	75.6

Средняя ширина 76 nm.

Погрешность определения ширины составляет 3% и определяется также нестабильностью микроскопа.

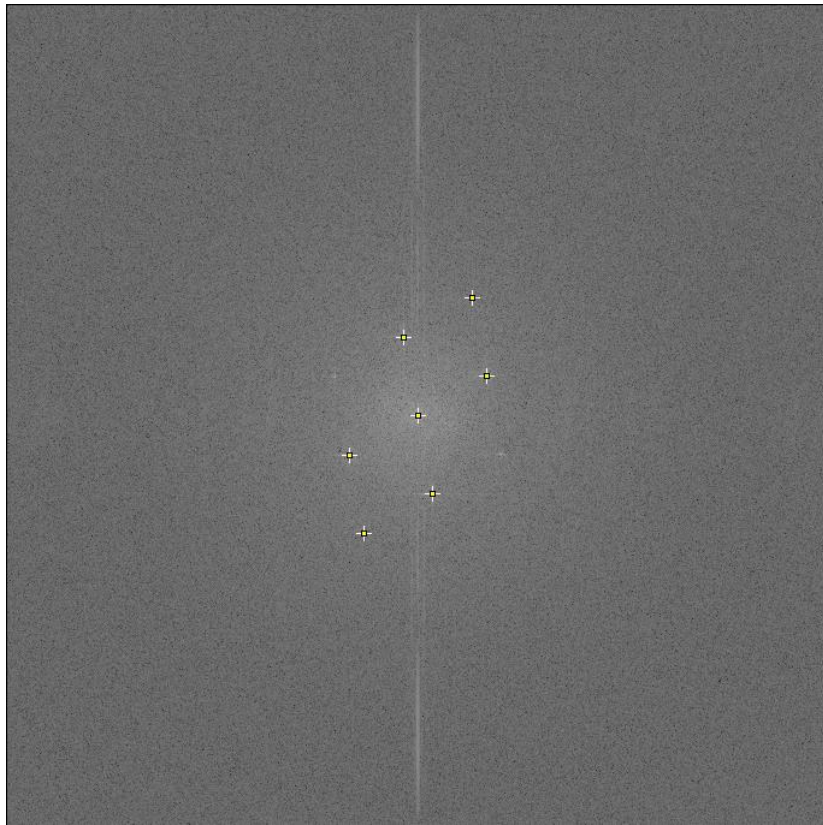


Рисунок 3.1 - Фурье-образ

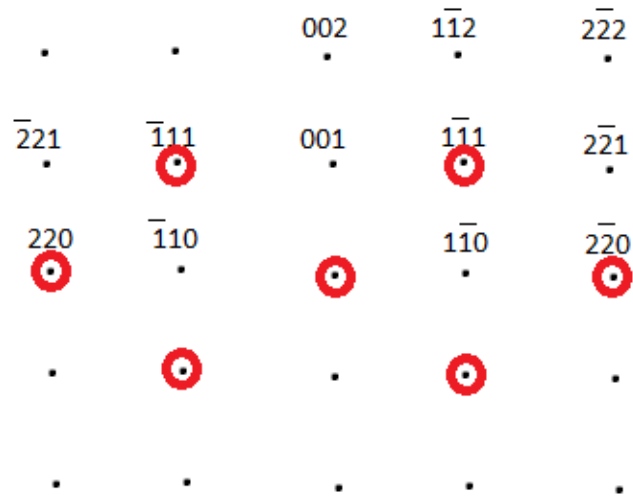


Рисунок 3.2 – Рефлексы Si при падении луча по направлению [110]

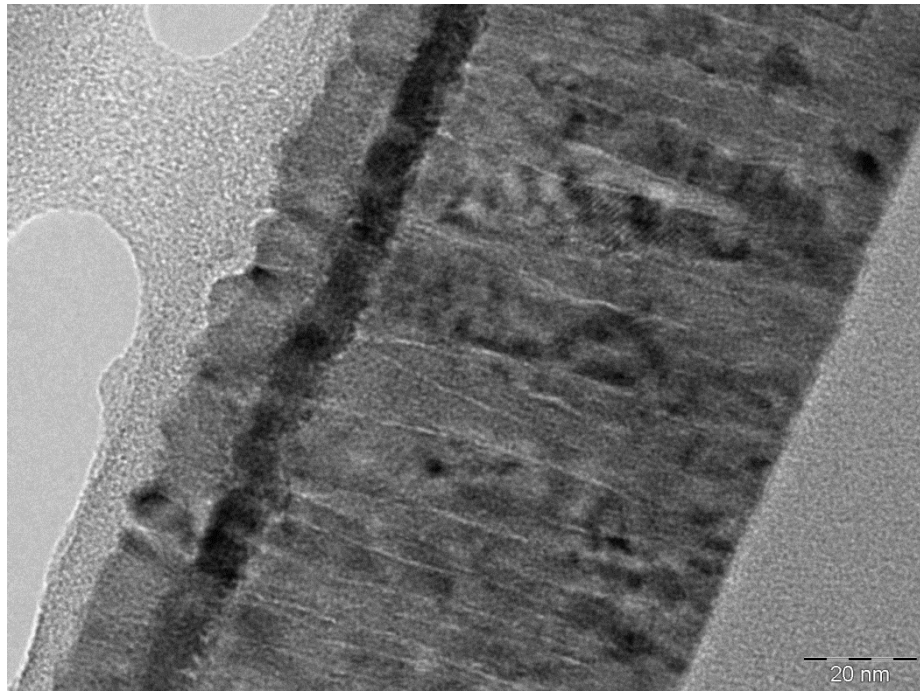


Рисунок 3.3 - Образец

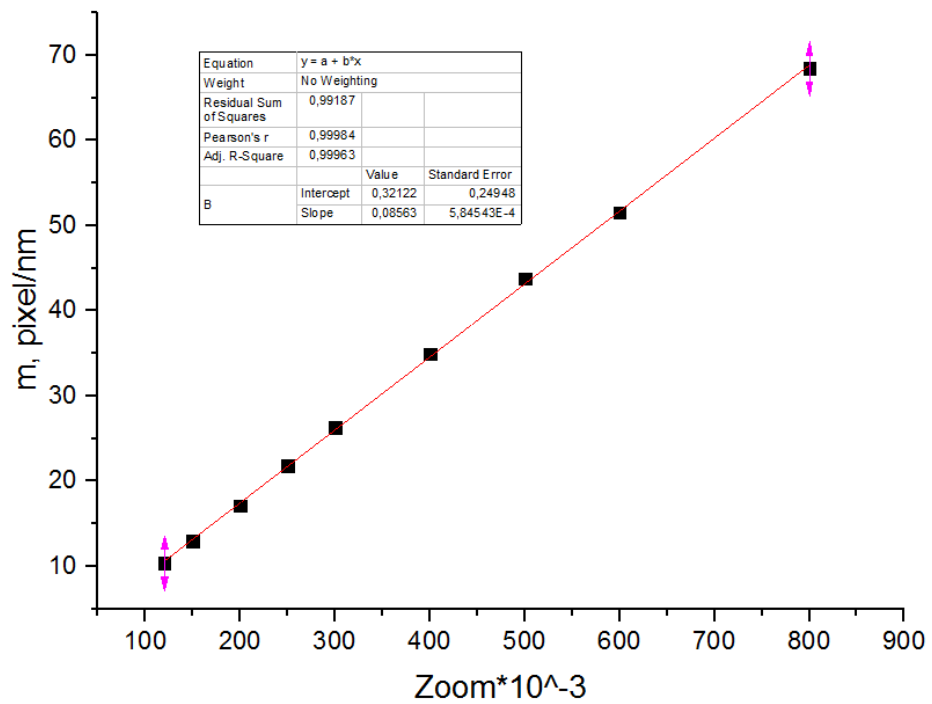


Рисунок 3.4 – Зависимость масштабного коэффициента от увеличения

## Выводы

В ходе данной работы:

1. Был определен масштабный коэффициент

Таблица 2

Увеличение	800	600	500	400	300	250	200	150_16	150_10	120
M, pixel/nm	68,43	51,51	43,74	34,92	26,322	21,834	17,118	12,948	13,068	10,371

2. Была определена средняя ширина исследуемой структуры:

Таблица 2

№ измерения	12	13	14	15
Ширина, pixel	998.9	994.9	976.7	983.2
Ширина, nm	76.8	76.5	75.1	75.6

Средняя ширина 76 nm.