

УДК
539
В-191

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
МЭИ

М.Ю. Пресняков, Н. Д. Васильева, А.И. Попов

**Электронно-микроскопические и дифракционные исследования
пленок нанокompозитов**

**Лабораторная работа
по курсу**

**Физика и технология
неупорядоченных полупроводников**

**Для студентов, обучающихся по направлению
Электроника и наноэлектроника**

Москва

Издательство МЭИ

2011

УДК
539
В-191
УДК: 539.27(076.5)

Утверждено учебным управлением МЭИ

Подготовлено на кафедре полупроводниковой электроники

Пресняков М.Ю., Васильева Н. Д., Попов А.И.
Лабораторная работа
Электронно-микроскопические и дифракционные исследования
пленок нанокompозитов – М.: Изд-во МЭИ, 2011,- 16С.

Описывается методика выполнения лабораторной работы по использованию просвечивающего электронного микроскопа в режимах-светлого и темного поля, а также в режиме дифракции..
Описана конструкция и принцип работы микроскопа FEI Tecnai G2-20 F.

Предназначено для студентов направления Электроника и наноэлектроника

Учебное издание
Пресняков Михаил Юрьевич
Васильева Наталья Дмитриевна
Попов Анатолий Игоревич

Электронно-микроскопические и дифракционные исследования
пленок нанокompозитов
Лабораторная работа по курсу
“Физика и технология неупорядоченных полупроводников”

Редактор издательства Е.Н.Касьянова
ЛР №0000000 от 00.00.00

Подписано к печати 00.00.00. Формат 60x84/16
Физ. Печ. Л. 0,75 Тираж 100 Изд.№00

Издательство МЭИ, Красноказарменная, д.14

Цель работы: Изучение принципов действия просвечивающего электронного микроскопа в различных режимах работы, а также ознакомление с различными методиками съемки и обработки выходных данных при использовании микроскопа в режиме изображения и в режиме дифракции. Ознакомление с работой просвечивающего электронного микроскопа в режиме атомного разрешения с получением изображений с Z-контрастом (использование кольцевого детектора).

Методические указания

1. Электронная микроскопия

Электроны могут быть описаны в рамках волнового представления, причем длина волны электрона (волна де Бройля) λ определяется уравнением:

$$\lambda = h/p \quad (1),$$

где h - постоянная Планка, p – импульс, $p = mv$ (m - масса электрона, v - его скорость).

Для ускорения электронов между катодом и анодом прикладывается ускоряющее напряжение. В электронной микроскопии используют ускоряющее напряжение в десятки и сотни киловольт, при этом скорости движения электронов становятся сравнимы со скоростью света, что приводит к необходимости учета релятивистских поправок. С учетом релятивистского увеличения массы электрона длина волны рассчитывается по формуле [1]:

$$\lambda = 12.26/U^{1/2} \quad (2),$$

где U - ускоряющее напряжение (В)

Длины волн электронов для наиболее распространенных в практике значений ускоряющих напряжений представлены в Таблице 1.

Таблица 1

Длины волн и скорость электронов, используемые в ПЭМ

Энергия, кэВ	Длина волны, λ , пм (10^{-12} м)	Скорость, (10^8 м/с)
100	3.7	1.644
120	3.35	1.759
200	2.51	2.086
300	1.97	2.330
400	1.64	2.484
1000	0.87	2.823

Взаимодействие пучка электронов с образцом сопровождается многообразными явлениями, среди них – упругое и неупругое рассеяние и дифракция электронов, генерация рентгеновского излучения, Оже-электронов, фотонов, и т.д. Проходя мимо атома на большом удалении от него, электрон взаимодействует с электронами внешней оболочки и испытывает рассеяние на небольшой угол. В этом случае зависимость рассеяния электронов от атомного номера может быть представлена в виде:

$$f_{\text{элек}} \sim Z^{2/3} \quad (3)$$

Данная зависимость рассеяния электронов приводит к тому, что при дифракции электронов легкие (с меньшим значением Z) элементы дают больший вклад в дифракционную картину. Дифракция электронов, рассеянных кристаллической решеткой, описывается уравнением Вульфа-Брегга:

$$\lambda = 2d \sin \Theta \quad (4)$$

где Θ – угол рассеяния (угол между направлением электронного луча и атомной плоскостью),
 d – межплоскостное расстояние

Малая длина волны электронов, в соответствии с законом Вульфа-Брегга, приводит к тому, что дифракционные углы имеют малую величину - около нескольких градусов. Если же электрон налетает на атом с малым прицельным параметром (расстояние между

рассеивающим силовым центром и линией первоначального движения рассеивающейся частицы), то рассеяние может быть на большой угол, вплоть до 180 градусов. Упругое рассеяние на малые углы обычно вызвано рассеянием на электронах, а на большие углы – на ядрах. В случае неупругого рассеяния часть энергии электронов теряется на а) коллективное взаимодействие со многими атомами; б) генерацию процессов, приводящих к вылету вторичных электронов; в) генерацию рентгеновских лучей.

Использование волновых свойств электрона позволяет получать картины дифракции электронов на образце – электронограммы, с помощью которых возможно определять тип и параметры кристаллической структуры, а также ближний порядок в расположении атомов некристаллических материалов. Для таких исследований используются как упруго, так и неупруго рассеянные электроны. Кроме этого электронограммы используются для ориентации образца: для получения изображений с высоким разрешением (с прямым разрешением кристаллической решетки), для исследования дефектов решетки.

При формировании изображения образца рассеянными пучками в ПЭМ действуют два основных механизма образования контраста – фазовый и амплитудный. Фазовый контраст наблюдается в том случае, если прошедший и рассеянный электронный пучки сводятся в изображение, с помощью электронной оптики, сохраняя свои амплитуды и фазы. Таким образом, можно получить непосредственно изображение плоскостей решетки, на которых происходит дифракция. Амплитудный контраст формируется намеренным исключением определенных дифрагированных пучков (а, таким образом, и некоторых фазовых соотношений) с помощью правильно подобранной объективной диафрагмы. Изображение, получаемое таким способом, является светлопольным. Напротив, изображение, получаемое только с помощью рассеянных пучков (исключая центральный) называется темнопольным. Принципы формирования изображений с амплитудным или фазовым контрастом подробно разобраны в ряде монографий [2-4].

2. Описание работы электронного микроскопа

Схема электронного микроскопа приведена на рис.2.1
Основные узлы:

1. Электронная пушка (источник электронов).
2. Генератор высокого напряжения и ускорительная трубка.
3. Система осветителя (система конденсорных линз) и отклоняющие электромагнитные катушки.
4. Держатель образца и столик образца.
5. Проекционная линзовая система, формирующая изображение,
6. Камера наблюдения и камера фоторегистрации.

Электроны испускаются электронной пушкой, установленной в верхней части колонны просвечивающего электронного микроскопа. Внутри колонны путем откачки воздуха поддерживается высокий вакуум. Испускаемые пушкой электроны ускоряются в трубке ускорителя и затем проходят через линзы осветителя, после чего попадают на образец. После прохождения через образец электроны в объективной линзовой системе формируются изображение или дифракционная картина. Проекционная линза создает увеличенное изображение. Получаемое в итоге изображение фиксируется детекторами, или его можно наблюдать на флюоресцентном экране через окошко камеры наблюдения.

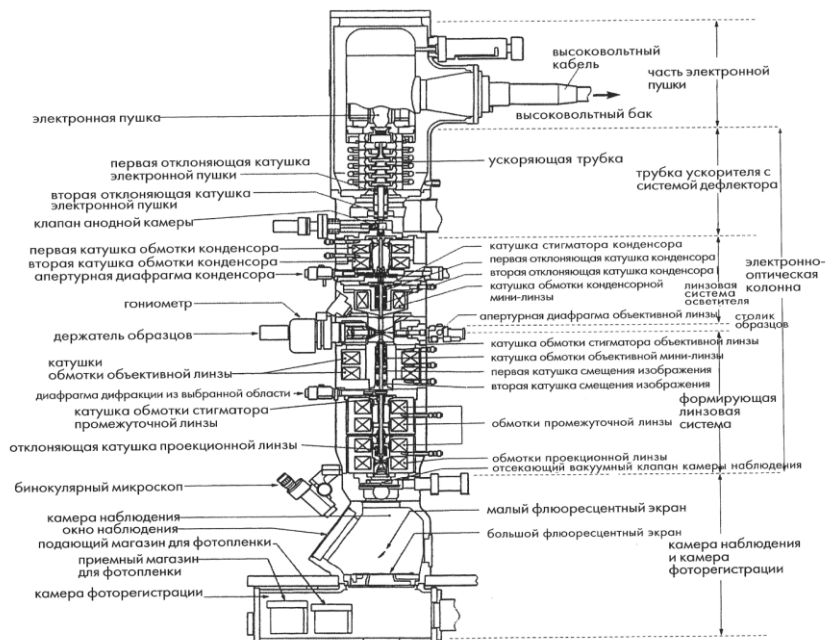


Рис.2.1 Схема электронного микроскопа JEOL 2010[4]

Принципиальная оптическая схема и два основных режима работы электронного микроскопа представлены на рис 2.2. После образца в ПЭМ расположено несколько линз: объективная, промежуточная и проекционная. Объективная линза, собирает электроны после прохождения пучка через образец и формирует дифракционную картину в своей фокальной плоскости и первое промежуточное изображение. В фокальную плоскость объективной линзы, вводится объективная диафрагма. С ее помощью выделяются те или иные дифракционные пучки далее участвующие в формировании изображения. В плоскость первого промежуточного изображения может вводиться селекторная диафрагма или, называемая иначе, диафрагма выделенного поля зрения.

Предназначение промежуточной линзы – осуществлять переход от наблюдения изображения к наблюдению дифракционной картины с локального места образца, выбранного помощью селекторной диафрагмы. Такая возможность осуществляется изменением тока в промежуточной линзе, так что плоскостью ее фокусировки является или первое промежуточное изображение или фокальная плоскость

объективной линзы, где находится дифракционная картина. Особенность этой схемы такова, что вклад в дифракционную картину, наблюдаемую на экране, вносит только область, выделенная селективной диафрагмой. Объективная диафрагма при этом должна быть выведена с оптического пути микроскопа.

Такой режим называется микродифракцией, так как минимальный размер области на образце, с которой наблюдается дифракционная картина, составляет около 0.5-1 мкм. Этот размер обусловлен наличием сферической aberrации объективной линзы, а также ее дефокусировкой и не может быть уменьшен даже при сколь угодно уменьшении размера селективной диафрагмы.

Главное предназначение проекционной линзы – увеличение дифракционной картины и промежуточных изображений до размеров, визуально наблюдаемых на флуоресцентном экране или с помощью регистрирующих датчиков другого рода.

Общее увеличение электронного микроскопа определяется произведением увеличений объективной, промежуточной и проекционных линз и может достигать сотен тысяч раз. Для реализации возможности наблюдения при малых увеличениях, объективная линза отключается.

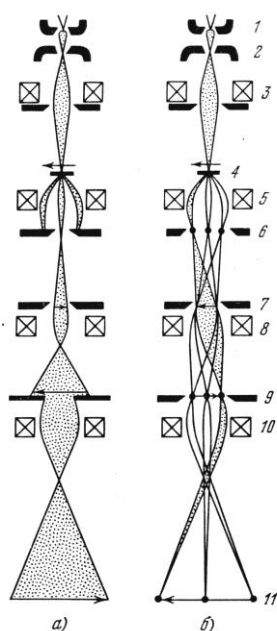


Рис.2.2. Ход лучей в четырехлинзовом электронном микроскопе в режимах: а) получение изображения; б) наблюдение дифракционной картины от выделенной области. 1 - электронная пушка; 2 - анод; 3 - конденсорная линза, конденсорная диафрагма; 4 - образец; 5 - объективная линза; 6 - задняя фокальная плоскость объективной линзы (объективная диафрагма размером 0,5 – 20 мкм); 7 - плоскость первого промежуточного изображения (промежуточная диафрагма размером 5 – 50 мкм); 8 - промежуточная линза; 9 - плоскость второго промежуточного изображения; 10 - проекционная линза; 11 - экран наблюдения

Следует отметить, что в современных просвечивающих микроскопах может быть реализован режим так называемой нанодифракции, когда на образец может формироваться падение плоскопараллельного пучка нанометрового размера [1], или режим сходящегося пучка, когда образец освещается сфокусированным зондом нанометровых размеров с большим угловым распределением. Эти режимы дают возможность получать дифракционные картины с нанометровым разрешением. Однако работа в таких режимах достаточно сложна и требует высокой квалификации исследователя.

Для определения в электронном микроскопе межплоскостного расстояния по рефлексам дифракционной картины применяется то же соотношение, что и для электронографического исследования $\lambda L = rd$. Длина камеры в электронном микроскопе определяется прохождением электронов через все линзы, разное возбуждение которых вызывает изменение длины камеры L , r — расстояние от рефлекса до центрального пятна на электронограмме.

3. Методики определения межплоскостных расстояний в веществе

3.1 Расшифровка дифрактограммы

Вид электронограмм при дифракции быстрых электронов зависит от характера исследуемых объектов. Электронограммы от плёнок, состоящих из кристалликов, обладающих взаимной ориентацией, или тонких монокристаллических пластинок образованы точками или пятнами (рефлексами) с правильным расположением, от текстур — дугами, от поликристаллических образцов — равномерно зачернёнными окружностями (аналогично дебаеграммам), а при съёмке на движущуюся фотопластинку — параллельными линиями. Электронограммы от некристаллического материала представляют собой концентрические диффузные гало. Эти типы электронограмм получаются в результате упругого, преимущественно однократного, рассеяния (без обмена энергией с кристаллом). При многократном неупругом рассеянии возникают вторичные дифракционные картины от дифрагированных пучков (кикучи-электронограммы). Электронограммы от молекул газа содержат небольшое число диффузных ореолов.

В основе определения элементарной кристаллической ячейки и симметрии кристалла лежит измерение расположения рефлексов на

электронограммах. Межплоскостное расстояние $d=L\lambda/r$, где L — расстояние от образца до фотопластины (длина камеры), λ — длина волны де Бройля электрона, определяемая его энергией (см. п.1), r — расстояние от рефлекса до центрального пятна на электронограмме. Методы расчёта атомной структуры кристаллов в электронографии близки к применяемым в рентгеновском структурном анализе.

3.2 Использование Фурье- преобразования

Из теории дифракции известно, что распределение поля на экране при дифракции является Фурье - образом от функции пропускания объекта. В современной просвечивающей микроскопии есть возможность получать изображение Фурье-образа параллельно с получением картинки в режиме изображения, что дает возможность, по аналогии с дифракционным анализом, мгновенно определить структуру исследуемого вещества, не переходя в режим дифракции. Благодаря данной возможности, используя одну лишь линейку в встроенном редакторе изображений, можно очень легко и быстро измерить расстояние между ближайшими атомами в обратном пространстве, как расстояние между ближайшими рефлексами на Фурье- образе.

4. Работа на электронном микроскопе

4.1 Установка образца

- а) необходимо убедиться в исправности прибора. На экране не должно быть сообщений об ошибках;
- б) Проверить чтобы значения X, Y, Z, A и B были близки или равны нулю (0);
- в) Установить сосуд Дьюара с жидким азотом на холодную ловушку
- г) Установить образец в держатель.
- д) Проверить отсутствие пыли, волос и других загрязнений на прокладке держателя образцов. Удалить имеющиеся загрязнения с помощью пинцета. При необходимости смазать прокладку специальной высоковакуумной смазкой.

е) Вставить держатель в микроскоп. Выбрать нужный тип держателя из появившегося меню, присоединить управляющий провод к разъему на гониометре. Проконтролировать по звуку определение нулевой позиции. По истечении 10 минут и окончанию откачки шлюза (клапан шлюза закрывается, гаснет красная лампочка на гониометре), плавно повернуть до упора держатель против часовой стрелки и вставить его в колонну микроскопа, придерживая чтобы не допустить резкого втягивания.

ж) Проконтролировать показания вакуума. Значение Octagon не должно превышать 19Log. Как правило для работы с высоким разрешением необходимо выждать от 30 минут до 1 часа для установления одинаковой температуры и прекращения теплового дрейфа.

4.2 Поиск нужного места и установление высоты образца

а) Найти интересующее место на образце, установить его в центр экрана с помощью джойстика;

б) Нажать кнопку L2, активировав α -воблер. Гониометр будет поворачиваться на $\pm 15^{\circ}$ вдоль оси держателя образца;

в) добиться, чтобы место интереса оставалось на месте, используя регулировку положения образца по высоте “Z+” и “Z-“. Если интересующее место сдвигается за область поля зрения на экране, то уменьшить увеличение с помощью ручки “Magnification”;

4.3 Получение изображения в светлом поле

а) Найти интересующее место на образце.

б) Выставить образец по высоте.

в) Перейти в режим дифракции, нажав кнопку “Diffraction”.

г) Вставить наименьшую объективную диафрагму, нажав “Select” и выбрав наименьшее значение диафрагмы.

д) Расположить диафрагму так, чтобы центральный пучок был в ее центре, нажав кнопку “Adjust” и используя левую и правую многофункциональные ручки. После окончания юстировки еще раз нажать “Adjust”.

е) Добиться резкого изображения диафрагмы и центрального дифракционного пятна, используя ручки “Intensity”, “Focus”. Если изображение выглядит эллиптическим, устраните астигматизм дифракционной линзы, используя кнопку Stigmator и выбрав кнопку “Diffraction” в появившемся окне.

ж) Если получить резкое изображение диафрагмы и дифракционного пятна не удастся, то нужно провести юстировку прибора, выполнив процедуру Align НМ-ТЕМ.

4.4 Получение дифракционной картины

- а) Выбрать место на образце;
- б) Выделить его с помощью селективной диафрагмы (нажать кнопку “Select”);
- в) При необходимости установить диафрагму более точно, нажав кнопку “Adjust” и используя левую и правую ручки “Multifunction Knobs”;
- г) Перейти в дифракционный режим, нажав кнопку “Diffraction”;
- д) Добиться четкой дифракционной картины, используя ручки “Intensity” и “Focus”;

3.5 Получение изображения в темном поле

- а) Нажать кнопку “Eucentric focus” и нормализовать все линзы, найти аморфную область на образце и сфокусировать ее с точностью 200нм, используя Z-координату гониометра.
- б) Перейти в режим изображения, нажав кнопку “Diffraction”, установить увеличение 100 000 раз, выбрать настройку “beam shift”, поставить пучок на центр экрана используя многофункциональные ручки и сфокусировать пучок в точку (если необходимо) используя ручку “Focus”. Прodelать эту процедуру для всех размеров пучка, которые предполагается использовать.
- в) Поставить конденсорную диафрагму на центр, перейти снова в режим дифракции (нажать кнопку “Diffraction”)
- г) На вкладке STEM открыть выпадающее окно и выбрать возможность фокусировки “Intensity & Objective”. При этом фокусировку можно осуществлять как с помощью объективной линзы, используя ручку “Focus”, так и с помощью “Intensity”.
- д) Перейти в режим изображения, получить изображение каустики (треугольника) меняя фокусировку с помощью ручки “Intensity”. Добиться максимально четкого треугольника, подстройкой астигматизма объективной линзы. Для этого нажать кнопку “Stigmator”, выбрать “Objective” в появившемся окне и использовать многофункциональные ручки.
- е) выбрать настройку “beam tilt”. Сфокусированный пучок на экране не должен двигаться даже при больших увеличениях.

Устранить движение с помощью многофункциональных ручек . Этот пункт может не требоваться при хорошей настройке конденсорной системы.

ж) Перейти в режим дифракции (нажать кнопку “Diffraction”). Вставить 2-ю конденсорную диафрагму 70мкм и поставить ее на центр. Проверить астигматизм.

з) Получить изображение в темном поле, используя “Focus”, и подстраивая конденсорный астигматизм с помощью многофункциональных ручек (кнопка “Stigmator” нажата). Для сохранения изображения нажать кнопку “Acquire”.

Задание

1. Ознакомиться с принципами и режимами работы просвечивающего электронного микроскопа
2. Получить светлопольные изображения атомного разрешения кремниевой подложки, а так же кристаллитов металла в аморфной фазе матрицы Si- C в образцах пленок металлосодержащих кремний-углеродных нанокмпозитов.
3. Получить дифракционные картины с участка кремниевой подложки, участка аморфной матрицы Si-C, а также с металлического кластера.
4. Обработать полученные в режиме дифракции данные, полученные с каждого из трех участков образца, выделить отличительные особенности каждой из дифракционных картин, а так же, с использованием методики расшифровки дифрактограмм, определить параметры решетки вещества подложки и металлических кластеров.
5. Получить темнопольные (с использованием кольцевого детектора) изображения различных участков образца, проанализировать полученную картину с Z- контрастом.

Контрольные вопросы

1. Каково устройство вакуумной системы просвечивающего электронного микроскопа;
2. Принцип работы электронного микроскопа в режиме изображения и электронографа;
3. Какие приставки для аналитической просвечивающей электронной микроскопии вам известны;
4. От чего зависит разрешение в ПЭМ и как можно его улучшить (на примере FEI Tecnai G2- 20F);
5. Какое рассеяние вносит основной вклад в изображения с Z-контрастом;
6. Какова зависимость интенсивности изображения атома от номера Z.

Литература

Основная

1. **Синдо Д.** Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия/ Д. Синдо, Т. Оикава - М. : Техносфера, 2006

Дополнительная

2. **Хирш П.** Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, П. Николсон и др. - М. : Мир, 1968
3. **Томас Г.** Просвечивающая электронная микроскопия / Г.Томас, М. Гориндж. - М. : Наука, 1983
4. **Дифракционные** и микроскопические методы в металловедении / Под ред. С. Амеликса, Р. Геверса, Дж.Ван Ланде – М. : Металлургия, 1984.