

ГЛАВА 5

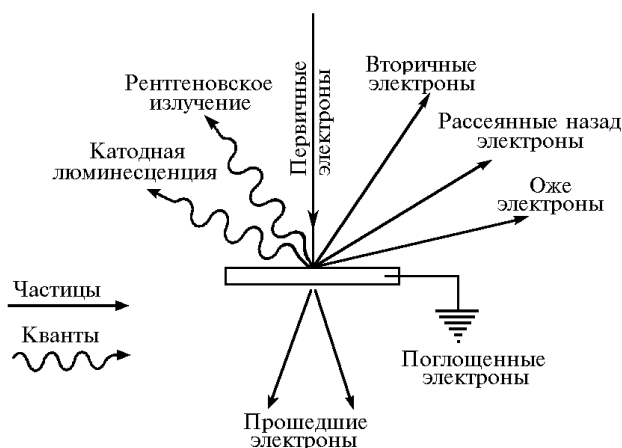
РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

5.1. ВВЕДЕНИЕ

Принципиально новая идея построения электронного микроскопа была сформулирована в 1935 году М.Кнолем (идея оптического сканирующего микроскопа была ранее высказана и реализована одним из создателей современного телевидения В.К.Зворыкиным в 1924 году) [1-5]. Согласно этой идее изображение объекта формируется последовательно по точкам и является результатом взаимодействия электронного пучка (зонда) с поверхностью образца. Каждая точка образца последовательно облучается сфокусированным электронным пучком, который перемещается по исследуемой поверхности подобно сканированию электронного луча в телевизионных системах [2-4].

При взаимодействии электронов зонда с веществом возникают ответные сигналы различной физической природы (отраженные и вторичные электроны, Оже-электроны, рентгеновское излучение, свет, поглощенный ток и пр.), которые используются для синхронного построения изображения на экране монитора. На рис.5.1 представлена схема образования вторичных сигналов под влиянием электронного зонда. Для формирования изображения не используется электронно-оптическая система. Изменение масштабов изображения осуществляется радиотехническими средствами.

Рис.5.1. Схема образования вторичных сигналов при взаимодействии электронов зонда



с веществом мишени.

Поэтому растровые электронные микроскопы (РЭМ) принципиально отличаются от микроскопов, как дифракционных приборов, в обычном понимании этого термина. По существу РЭМ - это телевизионный микроскоп.

Несмотря на кажущуюся простоту идеи, высказанной М.Кнолем, осуществить ее в виде надежного прибора с достаточным для практической работы разрешением оказалось очень сложно из-за весьма ограниченных технических возможностей того времени. Первые действующие приборы были

созданы в 1939 (Арденне) и в 1942 годах (Зворыкин) [2-4]. Однако широкое использование РЭМ в науке и технике стало возможно лишь в 70-е годы, когда появились высоко надежные приборы, созданные на основе достижений микроэлектроники и вычислительной техники [5-11].

5.2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ РЭМ

Растровый электронный микроскоп является вакуумным прибором, так как при нормальном атмосферном давлении электронный пучок сильно рассеивается и поглощается, что делает невозможным его фокусировку. Поэтому рабочий вакуум в камере микроскопа должен быть 10^{-5} тор., или лучше. Схема основных узлов растрового микроскопа приведена на рис.5.2. Электронный пучок от источника электронов специальной конденсорной системой формируется в виде хорошо сфокусированного зонда и проходит через систему управляющих электродов или электромагнитов, которые перемещают пучок по поверхности образца по траектории, образующей растр, аналогичный телевизионному растру [5-6].

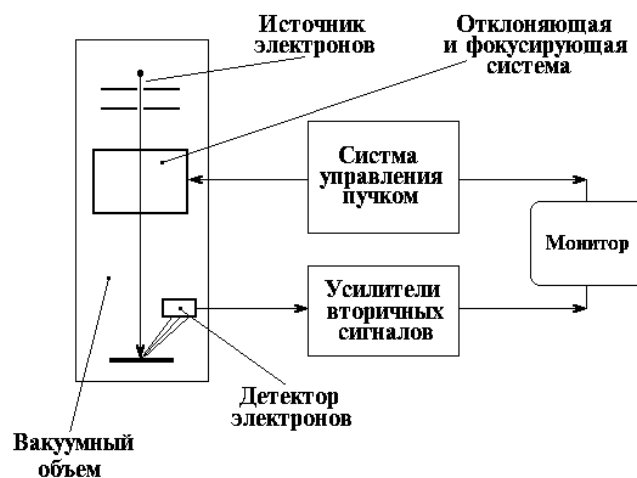


Рис.5.2. Упрощенная схема, иллюстрирующая работу РЭМ.

Перемещение зонда по поверхности образца должно происходить с очень высокой точностью и будет, в конечном счете, наряду с размером зонда, определять величину разрешения прибора. В результате взаимодействия пучка электронов с поверхностью образца возникает ответная реакция, которая регистрируется соответствующими датчиками. Регистрируемый датчиками сигнал используется в дальнейшем для модуляции яркости электронного пучка в электронно-лучевой трубке монитора. Величина этого вторичного сигнала будет зависеть от физических свойств поверхности образца и может меняться от точки к точке. В результате на экране монитора образуется изображение поверхности образца, отображающее топографию соответствующего физического свойства исследуемого образца. Таким образом можно исследовать топографию неоднородностей дефектов и состояния поверхности: например, топографию поверхности (границы зерен, поры, трещины, неоднородности состава и др.) - в отраженных или вторичных электронах; распределение элементного состава по поверхности образца - в характеристическом рентгеновском излучении; распределение донорных или акцепторных центров - по величине поглощенного тока; топографию магнитной доменной структуры - во вторичных электронах и пр.

Коэффициент увеличения изображения в РЭМ определяется отношением линейных размеров раstra, освещаемого зондом, на поверхности образца d и на экране монитора D , т.е. $M = D / d$.

Разрешение, достигаемое в РЭМ, ограничено эффективным размером элемента изображения, или, другими словами, размером области в образце, возбуждаемой электронным зондом, имеющим диаметр d_z . С другой стороны величина тока сфокусированного электронного пучка, взаимодействующего с поверхностью образца, определяет интенсивность вторичных сигналов. Поэтому электронно-оптическая система, формирующая зонд, должна обеспечивать получение максимально возможного тока при минимально возможном размере зонда.

5.2.1. ФОРМИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ЗОНДА

Электронная пушка состоит из источника электронов (вольфрамовый катод; катод из гексаборида лантана LaB_6 ; автоэмиссионный катод), модулятора (цилиндра Венельта) и анода. Модулятор обычно находится под более отрицательным (на несколько сотен вольт) потенциалом по отношению к катоду, что позволяет сфокусировать электронный пучок в области, расположенной за модулятором, с диаметром d_0 и расходимостью α_0 и называемой кроссовером. На рис.5.3 показана схема электронной обычной пушки. Типичные значения d_0 и α_0 для электронных пушек, используемых в рентгеновских микроанализаторах и растровых электронных микроскопах, составляют $d_0 \approx 25 \div 100 \text{ мкм}$ и $\alpha_0 \approx (3 \div 10) \cdot 10^{-3} \text{ рад}$ [5-11].

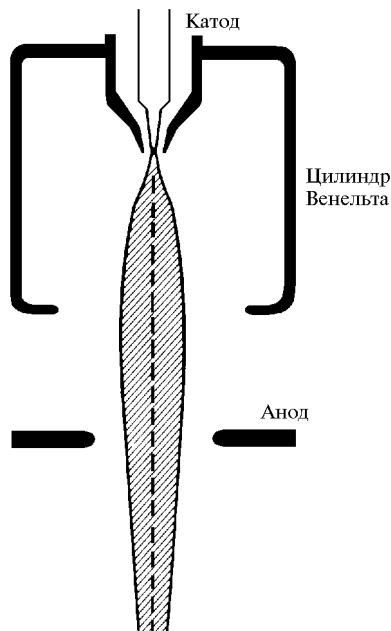


Рис.5.3. Схема устройства электронной пушки.

Для вольфрамового катода при плотности тока $J_0 = 1.75 \text{ А/см}^2$ и ускоряющем напряжении 25 кВ ток пучка составляет $I_z = 100 \div 200 \text{ мкА}$. Для получения достаточного разрешения обычно необходимо уменьшить размеры зонда до величины $50 \text{ Å} \div 1 \text{ мкм}$, т.е. в 10000 раз, при этом существенно уменьшается ток пучка до 0.01 нА .

Уменьшенное изображение кроссовера в дальнейшем формируется конденсорной системой микроскопа, которая может состоять из одной или

нескольких линз, причем последняя линза, формирующая минимальное пятно зонда на поверхности объекта, называется объективной линзой.

Если aberrации в конденсорной системе полностью отсутствуют, можно показать, что минимальный размер пятна d на образце будет иметь вид

$$d = \sqrt{\frac{i}{B\alpha^2}}, \quad \text{где } B = (0.62\pi/4) \cdot \left(\frac{eV_0}{kT}\right) \cdot J_0. \quad (5.1)$$

Из приведенного соотношения видно, что для увеличения тока пучка при постоянном диаметре зонда необходимо увеличивать апертуру электронного пучка. Ситуация существенно усложняется при учете aberrаций линз, так как увеличение апертуры будет приводить к дополнительному размытию пучка, и, поэтому, увеличение апертуры всегда ограничено, а следовательно ограничен и ток зонда. В общем случае при учете дифракционной, сферической и хроматической ошибок эффективный минимальный диаметр зонда определяется соотношением

$$d_z = \sqrt{d_o^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_d^2} \quad (5.2)$$

Подставляя сюда соответствующие величины aberrаций, получим

$$d_z = \sqrt{\left[\frac{i}{B} + (1.22\lambda)^2\right] \cdot \frac{I}{\alpha^2} + (0.5C_s)^2 \cdot \alpha^6 + \left(\frac{\Delta E}{E_0} \cdot C_c\right)^2 \cdot \alpha^2} \quad (5.3)$$

Приведенное уравнение можно исследовать на экстремум, продифференцировав его по α , и определить минимальную величину диаметра зонда и максимальный ток зонда

$$d_{min} = 1.29 C_s^{1/4} \cdot \lambda^{3/4} \left[7.92 (iT/J_0) \cdot 10^9 + 1 \right]^{3/8}, \quad (5.4)$$

$$i_{max} = 1.26 \cdot (J_0/T) \cdot \left[\left(0.51 d^{8/3} / C_s^{2/3} \cdot \lambda^2 \right) - 1 \right] \cdot 10^{-10}, \quad (5.5)$$

$$\alpha_{opt} = (d/C_s)^{1/3} \quad (5.6)$$

Анализ полученных соотношений показывает, что ток пучка зонда пропорционален диаметру зонда в степени $8/3$. В то же время величина вторичных сигналов (эмиссия вторичных электронов, генерация рентгеновского излучения, катодolumинесценция и др. эффекты) пропорциональна величине тока зонда и, следовательно, улучшая разрешение, мы будем снижать чувствительность метода.

Имеется несколько способов увеличения тока зонда. С одной стороны, можно увеличивать ускоряющее напряжение, снижая длину волны электронов, с другой - необходимо уменьшать aberrации линз и в первую очередь сферическую aberrацию. Наконец, есть способы увеличения плотности тока путем перехода на катоды из гексаборида лантана. Однако следует иметь в виду, что все эти меры имеют естественное ограничение, связанное с тем, что в результате взаимодействия электронов пучка с материалом образца происходит заметное увеличение области, в которой генерируются вторичные сигналы по сравнению с диаметром зонда. Поэтому разрешающая способность в РЭМ определяется в первую очередь не диаметром зонда, а размерами области, в которой происходит генерация вторичных эффектов.

5.2.2. ДЕТЕКТОРЫ ВТОРИЧНЫХ СИГНАЛОВ В РЭМ

Оценки, сделанные выше, показывают, что при диаметре зонда 100\AA его ток составляет очень малую величину, около 0.01на . Даже если предположить, что коэффициент вторичной эмиссии равен единице, ток вторичных электронов составит лишь $0,01\text{на}$. Это приводит к необходимости регистрировать в РЭМ такие слабые сигналы, что, в свою очередь, является сложной технической задачей [5-11].

Сцинтилляционный детектор. В настоящее время наиболее широкое распространение в РЭМ для регистрации вторичных электронов получили сцинтилляционные детекторы. Устройство такого детектора показано на рис.5.4. Вторичные электроны попадают на сцинтиллятор, преобразующий энергию электрона в световой импульс, который улавливается фотокатодом, преобразуется снова в фототок и затем усиливается фотоэлектронным умножителем. Между сцинтиллятором и фотоэлектронным умножителем помещается световод, позволяющий вывести фотоумножитель, работа которого крайне чувствительна к внешним электрическим и магнитным полям, за пределы вакуумной камеры РЭМ. Так как большинство используемых сцинтилляторов генерируют свет под действием электронов с энергией более 10кэв , на его внешнюю поверхность наносится тонкий полупрозрачный металлический слой и на него подается положительное напряжение около 12кв для сбора и ускорения низкоэнергетической части спектра (истинно) вторичных электронов. Чтобы исключить влияние этого электрического поля на первичные электроны зонда, сцинтиллятор помещается внутрь цилиндра Фарадея, на который подается напряжение порядка нескольких десятков вольт ($-50\div+250\text{в}$), причем небольшой положительный потенциал используется для сбора низкоэнергетических электронов, которые, попадая внутрь цилиндра, ускоряются дополнительным потенциалом, имеющимся на поверхности сцинтиллятора. Отрицательное напряжение на коллекторе полностью запирает вход детектора для низкоэнергетической части вторичных электронов, позволяя наблюдать контраст только в отраженных электронах. Детектор в таком виде получил название детектора Эверхарта-Торнли, по имени разработавших его авторов. Следует подчеркнуть, что эффективность сбора низкоэнергетических электронов будет выше, чем для высокоэнергетических. Это становится понятным из рис.5.4 Угол сбора электронов низкоэнергетической части спектра увеличивается за счет положительного потенциала коллектора. Для отраженных электронов угол сбора определяется только размером входного угла детектора, и его расстоянием до образца.

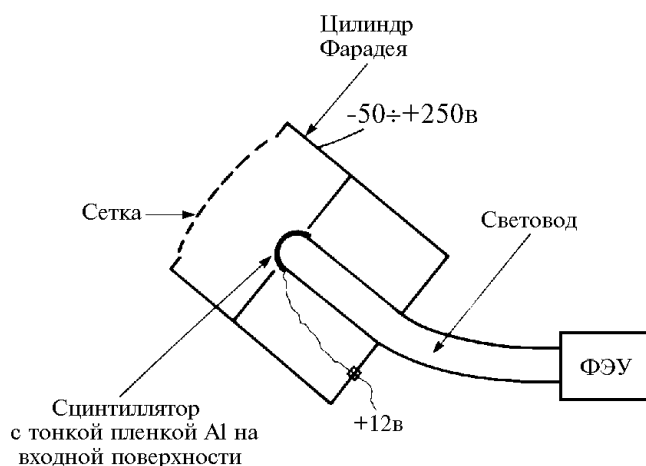


Рис.5.4. Схема устройства детектора Эверхарта-Торнли.

Наконец, необходимо подчеркнуть, что материал сцинтиллятора постепенно деградирует за счёт накопления радиационных дефектов под действием подающих на него электронов, ухудшая эффективность детектора, и требует периодической замены.

Полупроводниковый детектор. Вторичные электроны, попадая в материал полупроводника вблизи p - n -перехода, рождают в нем электронно-дырочные пары, что приводит к появлению тока в цепи p - n -перехода. Этот ток будет пропорционален количеству электронов, поглощенных в монокристалле полупроводника. Для получения достаточной величины сигнала ток в дальнейшем усиливается специальными малошумящими усилителями.

Электроны должны иметь энергию, достаточную для образования электронно-дырочных пар, поэтому полупроводниковый детектор (ППД) обычно используется для регистрации высокоэнергетической части вторичных электронов. Так как p - n -переход может иметь значительную площадь, эффективность сбора и регистрации отраженных электронов при помощи ППД выше, чем для детектора Эверхарта-Торнли.

Детектор излучения катодолюминесценции. Количество света, испускаемое мишенью под действием электронов зонда, обычно мало, поэтому для увеличения эффективности сбора световых квантов используют специальные зеркала, изготовленные в виде половины эллипсоида вращения, в один из фокусов которого помещают мишень, а в другой - световод - приемник, уводящий свет за пределы вакуумной камеры микроскопа. Далее свет регистрируется либо интегральным детектором - фотоэлектронным умножителем, либо спектрометром, позволяющем исследовать распределение испущенного образцом света по длинам волн. В зеркале имеется отверстие для пропускания электронного пучка - зонда, направляемого на образец.

Регистрация рентгеновского излучения. Для регистрации рентгеновского излучения обычно используются два типа систем. Во-первых, применяются кристалл-дифракционные спектрометры с изогнутыми для увеличения светосилы кристаллами-анализаторами. Приемником рентгеновского излучения обычно служит сцинтилляционный детектор. В качестве кристалла-сцинтиллятора обычно используются монокристаллы $NaI(Tl)$. Во-вторых, применяются энергодисперсионные системы типа ППД на основе $Si(Li)$ p - n -перехода.

Энергодисперсионные детекторы имеют существенно более низкое энергетическое разрешение ($100\div150$ эв) по сравнению с кристалл-дифракционными спектрометрами (меньше 10 эв), однако благодаря одновременной регистрации всего спектра без каких-либо перемещений образца и детектора и возможности его быстрой обработки на ЭВМ эти детекторы получили в настоящее время очень широкое распространение.

5.3. ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА С ВЕЩЕСТВОМ

При попадании электронов зонда на поверхность мишени-образца происходит множество достаточно сложных явлений, связанных с передачей энергии электронов пучка веществу мишени [5,11-15]. В первом приближении все эти явления можно разделить на две большие группы: упругое рассеяние, связанное с изменением траекторий электронов при малой потере энергии; неупругое рассеяние, обусловленное неупругим взаимодействием с ядрами атомов, и неупругим взаимодействием со связанными электронами. Для описания взаимодействия потока частиц с веществом обычно используют следующие два понятия - сечение взаимодействия и длина свободного пробега частиц. Сечение взаимодействия определяется, как $\sigma = \frac{n}{n_m n_0}$, а длина

свободного пробега - $\lambda = \frac{A}{N_0 \rho \sigma}$, где n - число столкновений в единице объема;

n_m - число атомов в единице объема мишени; n_0 - число падающих частиц в единицу времени; ρ - плотность; A - атомный вес; N_0 - число Авагадро.

5.3.1. ОСНОВНЫЕ МЕХАНИЗМЫ ПОТЕРЬ ЭНЕРГИИ ЭЛЕКТРОНОВ В ВЕЩЕСТВЕ (УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ ПОТЕРИ)

Упругое рассеяние электронов, как правило, возникает в результате кулоновского взаимодействия электронов с полем ядра - это так называемое Резерфордское рассеяние, и происходит, как правило, на углы порядка десятков градусов. Сечение рассеяния зависит от угла рассеяния φ и атомного номера Z и описывается формулой Резерфорда

$$\sigma_r = 1.62 \cdot 10^{-20} \cdot \left(\frac{Z}{E} \cdot \operatorname{ctg} \frac{\varphi}{2} \right)^2 \quad (5.7)$$

Возможен и процесс многократного рассеяния на малые углы в результате взаимодействия электронов с электронным облаком атома. В каждом акте рассеяния электрон испытывает незначительное отклонение, однако после нескольких актов взаимодействия электрон может существенно изменить направление движения практически на обратное. Вероятности механизмов первого или второго типа рассеяния сильно зависят от материала мишени и энергии падающего пучка электронов.

Неупругое рассеяние электронов в материале мишени происходит в результате множества механизмов, например, таких как, возбуждение электронного газа решетки (плазмоны), возбуждение электронов проводимости (вторичные электроны, наведенный ток), ионизация внутренних электронных оболочек атома (Оже-электроны и характеристическое рентгеновское излучение), возбуждение тормозного рентгеновского излучения, возбуждение фотонов (катодоллюминесценция) и пр.

Процесс потерь энергии электронами связан с многократными актами их взаимодействия с кулоновскими полями ядер и электронами атомных оболочек

и носит многоступенчатый характер. Описание траекторий электронов в таких многократных случайных актах обычно проводится в рамках метода Монте-Карло.

Расчет потерь энергии электронов в мишени в предположении непрерывности потерь впервые был сделан Бете на основе квантовой теории. Окончательное выражение для скорости потерь энергии электронов имеет вид

$$-\frac{dE_m}{dX} = 2\pi e^4 N_0 \cdot \frac{Z}{A} \cdot \frac{\rho}{E_m} \ln\left(\frac{1.166 E_m}{J}\right), \quad (5.8)$$

здесь E_m - средняя энергия электронов, e - заряд электрона, ρ - плотность вещества, Z - атомный номер, A - атомный вес, N_0 - число Авагадро. Параметр J - получил название среднего потенциала ионизации элемента и равен

$$J = (9.76Z + 58.5Z^{-0.19}) \cdot 10^{-3} \text{ эВ} \quad (5.9)$$

Для описания средних потерь энергии иногда используют еще выражение средней тормозной способности

$$S = -\frac{1}{\rho} \cdot \frac{dE_m}{dx}, \quad (5.10)$$

которая определяет средние потери энергии на единицу длины и единицу плотности, т.е. на единицу массовой толщины. Зная средние потери, можно легко определить полную длину пробега электрона в мишени

$$R = \int_{E_m}^{E=0} \frac{dE}{(dE_m / dx)}, \quad (5.11)$$

которая будет складываться из участков траекторий между каждыми двумя соседними по времени актами взаимодействия. Выражение для полной длины пробега было посчитано Канайя и Окаяма с учетом полного сечения рассеяния, учитывающего как упругие, так и неупругие акты взаимодействия, и имеет вид

$$R = 0.0276 \cdot E^{1.67} \cdot \left(\frac{A}{Z^{0.889} \rho} \right). \quad (5.12)$$

Если в этой формуле E задается в кэВ , A - г/моль , а ρ в г/см^3 - вычисленная полная длина пробега электронов в мишени будет выражена в $\mu\text{м}$. Следует подчеркнуть два обстоятельства: во-первых, полная длина пробега не совпадает с глубиной проникновения электрона в мишень; во-вторых, приведенные формулы очень приближенны и могут дать лишь грубые оценки этих величин.

Рассмотрим несколько подробнее основные механизмы взаимодействия электронного пучка с веществом мишени.

5.3.2. ОСНОВНЫЕ ИСТОЧНИКИ СИГНАЛОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В РЭМ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ

Отраженные электроны (рассеянные назад электроны). Ранее уже отмечалось, что отраженные электроны могут возникать как в результате однократного упругого отражения, так и в актах малоуглового многократного рассеяния. Оценки показывают, что для энергии падающих электронов $10 \div 30 \text{ кэВ}$ и мишеней, содержащих легкие элементы (с малым атомным номером), несколько более половины всех отраженных электронов рождается в результате многократных малоугловых актов взаимодействия. Для тяжелых элементов

ситуация меняется на обратную. Коэффициент отражения $\eta_r = \frac{n_r}{n_z} = \frac{i_r}{i_z}$ (здесь n_r ,

n_z - количество отраженных и падающих электронов соответственно, а i_r , i_z - ток отраженных электронов и ток зонда) зависит от атомного номера атомов мишени. Эта полуэмпирическая зависимость имеет вид

$$\eta = -0.0254 + 0.0016Z - 1.86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8.3 \cdot 10^{-7} Z^3 + \dots, \quad (5.13)$$

причем для сложных мишеней, содержащих атомы разных элементов (Z_1, Z_2, \dots, Z_N - атомные номера элементов; C_1, C_2, \dots, C_N - концентрации), с хорошим приближением можно считать, что средний коэффициент отражения равен

$$\bar{\eta} = \sum_{j=1}^N \eta_j C_j \quad (5.14)$$

Наличие такой связи между током отраженных электронов и атомным номером элемента позволяет при определенных условиях качественно оценивать элементный состав приповерхностного слоя образца.

На первый взгляд может показаться, что все отраженные электроны должны иметь энергию, близкую к энергии падающего пучка. Однако это не так. Как отмечалось выше, часть отраженных электронов образуется в результате однократного акта - упругого рассеяния, другая часть может возникнуть в результате многократных актов рассеяния на малые углы, и, наконец, могут быть электроны, образовавшиеся в результате совместного действия двух этих процессов - электрон растрчивает часть энергии на неупругие столкновения и, наконец, отражается упруго, но уже с меньшей энергией [12,13]. Как показывают специальные оценки, сделанные на основании расчетов рассеяния по методу Монте-Карло, и соответствующие эксперименты, с ростом атомного номера элементов мишени растет доля электронов, рассеянных преимущественно по упругому механизму (см. рис.5.5). Однако всегда имеется значительная часть электронов, проникшая вглубь мишени и растратившая часть энергии на неупругие взаимодействия. Такие электроны также имеют вероятность покинуть образец в виде отраженных электронов, уменьшающуюся с ростом глубины. При этом область взаимодействия электронов зонда расширяется под поверхностью образца. Если падающий пучок электронов хорошо сфокусирован и имеет практически нулевое поперечное сечение, отраженные электроны покидают поверхность мишени из области, диаметр которой примерно равен длине пробега электронов в мишени. Распределение количества электронов в этой области имеет вид колокола, причем наибольшая часть электронов сосредоточена внутри области $0.5R$. Поэтому разрешение сканирующего микроскопа в отраженных электронах обычно оценивается этой величиной. Оценки глубины выхода отраженных электронов дают величину, приблизительно равную $0.3R$.

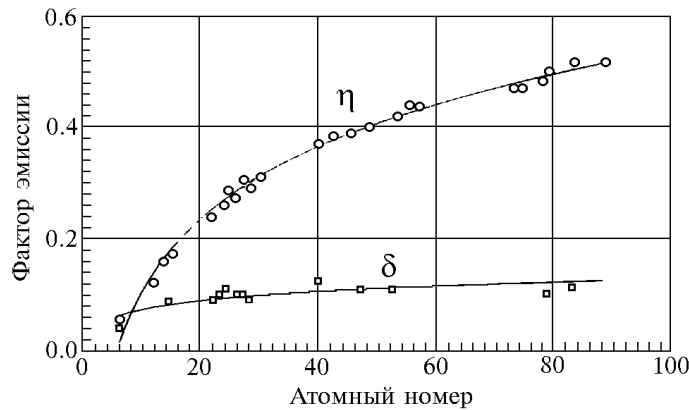


Рис.5.5. Зависимость коэффициента эмиссии электронов от атомного номера элементов мишени. η - коэффициент отражения; δ - коэффициент истинно вторичной эмиссии.

Коэффициент отражения электронов зависит от угла наклона мишени по отношению к пучку зонда. При увеличении угла наклона коэффициент отражения η возрастает. Угловое распределение отраженных электронов зависит от угла падения: при нормальном падении оно симметрично; с увеличением угла появляется ярко выраженная асимметрия в направлении первичного пучка.

Вторичные электроны. Вторичными электронами обычно называют электроны, эмитированные мишенью при бомбардировке её первичным электронным пучком. Они имеют непрерывный энергетический спектр от 0 до энергии электронов зонда - E_z и состоят из упруго и неупруго отраженных электронов и истинно вторичных электронов, образовавшихся в процессе взаимодействия электронов зонда с электронами зоны проводимости. Ниже пойдет речь только об истинно вторичных электронах, которые в растровой электронной микроскопии получили название просто вторичных электронов. Такие электроны имеют энергию существенно меньше 50 эВ. На рис.5.6 показано распределение по энергии электронов, покидающих поверхность образца в результате воздействия на нее электронов зонда. Высокоэнергетическая часть спектра представляет здесь упруго и неупруго отраженные электроны. В низкоэнергетической части спектра (5÷10 эВ) имеется острый и очень яркий пик - это и есть вторичные электроны. Коэффициент эмиссии вторичных электронов определяется, как

$$\delta = \frac{n_s}{n_z} = \frac{i_s}{i_z} = \delta_s + \eta_e + \eta_{ne}, \quad (5.15)$$

где n_s , i_s - число или ток вторичных электронов, n_z , i_z - число или ток электронов зонда, δ_s - коэффициент истинно вторичных электронов, η_e - коэффициент рассеяния упруго отраженных электронов, η_{ne} - коэффициент рассеяния неупруго отраженных электронов.

Следствием низкой энергии вторичных электронов является их малая глубина выхода. Для того чтобы покинуть поверхность мишени, электрон должен преодолеть энергетический барьер, равный работе выхода, которая составляет обычно несколько электрон-вольт. Поэтому вероятность выхода вторичных электронов резко убывает с увеличением глубины. Это не означает,

конечно, что вторичные электроны генерируются только в тонкой приповерхностной области.

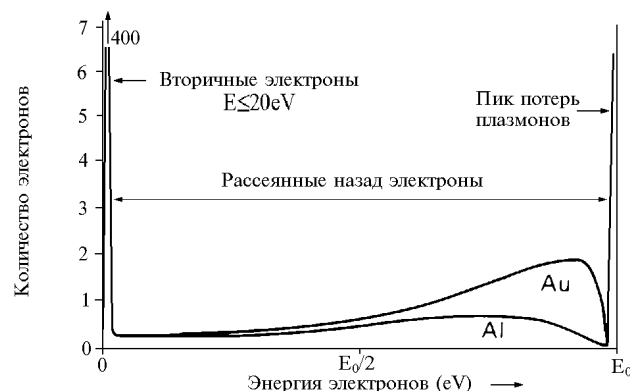


Рис.5.6. Энергетический спектр электронов покидающих поверхность мишени под действием электронов зонда.

Образование вторичных электронов происходит во всей области взаимодействия электронов зонда с мишенью, однако покинуть поверхность мишени могут лишь электроны, возникшие в тонком приповерхностном слое. Следует подчеркнуть, что вторичные электроны образуются не только непосредственно под действием первичных электронов зонда, но и за счет взаимодействия отраженных из более глубоких слоев электронов с электронами зоны проводимости в области их выхода из образца, т.е. вблизи поверхности выхода. Отсюда следует, что поперечные размеры области выхода вторичных и отраженных электронов совпадают. В то же время глубина выхода для вторичных электронов на два порядка меньше соответствующей величины для отраженных электронов и составляет приблизительно $0.003R$.

Вторичные электроны в отличие от рассеянных назад электронов не обнаруживают заметной зависимости от атомного номера. С увеличением угла наклона образца коэффициент эмиссии вторичных электронов δ^{\perp}_s возрастает, что связано с увеличением длины эффективного пути первичных электронов вблизи поверхности мишени, в то же время направления выхода вторичных электронов не меняются при наклоне мишени, т.е. направления выхода вторичных электронов изотропны относительно падающего пучка.

Следует подчеркнуть, что завершённой теории электронной эмиссии электронов в настоящее время не существует. Для описания этих сложных процессов используют различные приближения квантовой механики и, достаточно часто, полуэмпирические соотношения.

Рентгеновское излучение. Наряду с отраженными и вторичными электронами в материале мишени за счет неупругих потерь энергии электронов зонда возникает рентгеновское излучение. Известно, что возможно два принципиально различных пути возникновения рентгеновских квантов [16,17]. В результате торможения электронов зонда в кулоновских полях атомов образуется так называемое тормозное или непрерывное рентгеновское излучение. Интенсивность непрерывного рентгеновского излучения описывается соотношением Крамерса

$$I_T \sim i_z \cdot \bar{Z} \cdot \frac{E_z - E}{E} = i_z \cdot \bar{Z} \cdot \left(\frac{\lambda}{\lambda_{min}} \right) \quad (5.16)$$

где i_z - ток зонда, Z - усредненный атомный номер атомов мишени, λ - текущее значение длины волны, соответствующее значению E энергии электрона, λ_{min} - коротковолновая граница спектра (граница Дуана-Ханта), связанная с энергией E_z электронов зонда соотношением

$$\lambda_{min} = \frac{h\nu}{eE_z} \quad (5.17)$$

Спектр тормозного излучения имеет вид асимметричного колокола (см. рис.5.7а,б), ограниченного со стороны коротких длин волн границей Дуана-Ханта. Кванты с такой длиной волны возникают в результате однократного акта потери всей энергии электрона. Как видно из соотношения Крамерса, спектр тормозного рентгеновского излучения зависит как от атомного номера мишени, так и от энергии электронов зонда. Интенсивность тормозного спектра растёт с увеличением энергии бомбардирующих мишень электронов и с увеличением атомного номера элемента мишени.

Наряду с актами торможения электроны зонда могут выбивать связанные электроны с глубоких внутренних K -, L -, M -оболочек, переводя атом в возбужденное состояние. Возбужденные атомы возвращаются в основное стационарное состояние в результате электронных переходов с более высокой оболочки с излучением избыточной энергии в виде кванта рентгеновского излучения. Величина энергии кванта определяется разностью энергий уровней

$$E_1 - E_2 = h\nu \quad (5.18)$$

Все возможные излучательные переходы атома из начального K -состояния образуют наиболее жесткую коротковолновую K -серию (см. рис.5.7в). Аналогично образуются другие L -, M -, N -серии. В результате на непрерывный спектр накладываются острые пики характеристического излучения, соответствующие этим переходам. На рис.5.7 показан общий вид интенсивности рентгеновского излучения от длины волны.

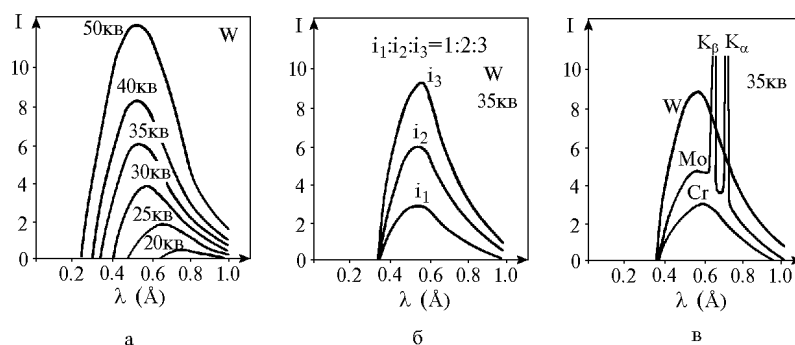


Рис.5.7. Общий вид рентгеновского спектра. а)-характер изменений рентгеновского спектра возбуждаемого на мишени из W с ростом ускоряющего напряжения; б) вид спектра для нескольких значений тока зонда; в)-рентгеновские спектры для трех различных материалов мишени.

Анализируя рентгеновские спектры различных элементов, Н.Мoseley в 1914 году установил, что длина волны рентгеновского излучения λ и атомный номер Z элемента, который испустил квант, связаны соотношением

$$\lambda = \frac{B}{(Z - C)^2}, \quad (5.19)$$

получившим название закона Мозли. Величины B и C здесь - численные константы. Эта зависимость показывает, что между параметрами характеристического рентгеновского спектра и составом мишени существует взаимно однозначное соответствие, что и является основой рентгеноспектрального анализа атомного состава материалов.

Исследования интенсивности линий характеристического излучения показали, что они связаны с энергией электронов зонда следующим соотношением

$$I_c \sim i_z (E_z - E_i)^{1.4}, \quad (5.20)$$

где E_i - критическая энергия возбуждения соответствующего уровня, E_z - энергия электронов пучка. Так как интенсивность характеристических линий всегда наложена на интенсивность непрерывного спектра, представляющего собой по существу постоянный уровень фона, всегда затрудняющего точное определение положения линий характеристического спектра, отношение интенсивности характеристической линии к интенсивности непрерывного спектра описывает отношение пик/фон, т.е. характеризует точность измерения. Поэтому представляет интерес определить вид этой функции

$$\frac{\partial I_c}{\partial E_i} = \frac{I_c}{I_T} \approx \frac{E \cdot (E_z - E_i)^{1.7}}{Z \cdot (E_z - E)}. \quad (5.21)$$

Полагая, что $E_i \approx E$, получим

$$\frac{\partial I_c}{\partial E_i} \approx \frac{E_i (E_z - E_i)^{0.7}}{Z} \quad (5.22)$$

Анализ процессов генерации рентгеновского излучения показывает, что область генерации имеет значительно большие размеры, чем для отраженных или рассеянных электронов. Из формулы Канайе-Окаяма следует, что длина пробега электронов в веществе мишени определяется энергией электронов зонда. Совершенно ясно, что глубина генерации рентгеновского излучения меньше длины пробега электронов, так как для возбуждения характеристического излучения необходимо, чтобы энергия электронов была больше энергии возбуждения соответствующей линии, т.е. $E_0 > E_i$.

При взаимодействии рентгеновского излучения с веществом могут наблюдаться фотоэффект, связанное с ним поглощение рентгеновского кванта и когерентное и некогерентное рассеяние. Фотоэффект заключается в том, что атом, поглотивший рентгеновский квант, эмитирует электрон (фотоэлектрон) с одной из своих внутренних оболочек, после чего он может вернуться в исходное состояние либо путём испускания нового рентгеновского кванта (рентгеновская флуоресценция), либо выбросить второй электрон (оже-электрон) при безизлучательном переходе.

Прохождение рентгеновского излучения через слой вещества толщиной z сопровождается ослаблением его интенсивности (за счет фотоэффекта) по экспоненциальному закону

$$I = I_0 e^{-\mu z} \quad (5.23)$$

На практике чаще используют массовые коэффициенты поглощения, μ/ρ . Массовые коэффициенты различных веществ плавно уменьшаются с ростом энергии рентгеновского излучения. Однако когда энергия кванта становится достаточной для вырывания связанного электрона с какого-либо уровня для данного элемента, коэффициент поглощения резко возрастает. Этот скачок коэффициента поглощения получил название края поглощения. Далее с ростом энергии кванта коэффициент поглощения продолжает плавно убывать с ростом энергии кванта, пока не сравняется со следующим электронным уровнем.

Оже-электроны. Этот эффект был открыт П.Оже в 1925 году. Суть явления состоит в том, что атом, возбужденный в результате ионизации внутренних электронных оболочек электронами зонда, может возвратиться в основное состояние путем безизлучательного перехода. Энергия возбуждения $E_K - E_{L1}$ передается другому электрону, например, занимающему соседний уровень L_2 . Этот электрон выходит за пределы мишени и регистрируется, как Оже электрон. Энергия такого электрона будет равна

$$E_K - E_{L1} - E_{L2} - \varphi_A \quad (5.24)$$

φ_A - здесь работа выхода. Поскольку в оже-электронной эмиссии часто участвуют валентные электроны и существенную роль играет энергия связи внутренних уровней, энергия оже-электронов будет определяться химическим окружением. Под влиянием энергии связи электронные уровни могут сдвигаться на несколько эв. Поэтому оже-спектры будут содержать информацию о химическом окружении атома, испустившего оже-электрон. Другая особенность использования оже-электронов связана с очень малыми энергиями оже-электронов. Так для электронов с энергией от $50 \text{ эв} // \div 2 \text{ кэв}$ средняя длина пробега составляет около $0.1 \div 2.0 \text{ нм}$. Таким образом, область взаимодействия для оже-электронов будет ограничена толщиной под поверхностью мишени в несколько межатомных расстояний и площадью на поверхности, задаваемую диаметром зонда. Таким образом, основная область применения оже-электронов - это исследования состояния атомов на поверхности мишени.

Катодолюминесценция - это люминесценция, возникающая при возбуждении кристаллической решетки мишени под действием электронов зонда. Ускоренные электроны, попадая в кристаллическую решетку диэлектрика или полупроводника, вызывают ионизацию атомов, возникают вторичные электроны, которые в свою очередь могут производить ионизацию, пока окончательно не растратят всю энергию или не покинут мишень. Образовавшиеся дырки, перемещаясь по решетке, захватываются центрами люминесценции, где через какое-то время происходит рекомбинация электронов и дырок, приводящая к образованию фотонов, спектр которых аналогичен спектру фотолюминесценции для данной решетки. Спектр катодолюминесценции располагается обычно в ультрафиолетовой или видимой части спектра и характеризует тип центра рекомбинации. Изучение спектров катодолюминесценции позволяет исследовать распределение и тип центров рекомбинации в кристаллической решетке.

Наведенный ток - это увеличение электропроводности диэлектриков и полупроводников, возникающее при бомбардировке поверхности мишени электронами зонда, в результате чего в кристаллической решетке за счет

неупругих процессов потерь энергии электронами зонда генерируются электронно-дырочные пары. Если в кристаллической решетке присутствуют какие-либо электрически активные дефекты, они будут служить центрами рекомбинации, при этом будет изменяться ток, снимаемый с мишени. Картины распределения наведенного тока по поверхности образца будут содержать информацию о распределении электрически активных дефектов в образце.

5.3.3. ОБЛАСТЬ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОНОВ ЗОНДА С ВЕЩЕСТВОМ

Электроны зонда, проникая в материал мишени, многократно взаимодействуют с электронами атомов, решётки, с электрическими полями ядер, теряя энергию вплоть до захвата электрона зонда каким-либо центром решетки. Так как траектории движения каждого электрона имеют весьма сложную форму, в образце мишени образуется область, в которой электроны зонда растрчивают всю свою энергию. Эта область получила в литературе название области взаимодействия [18-20].

Согласно формуле Резерфорда сечение упругого рассеяния обратно пропорционально энергии частиц. Поэтому при первых актах взаимодействия, когда энергия частиц ещё велика, вероятность рассеяния на большие углы мала. На этом этапе наиболее вероятным процессом взаимодействия является неупругое рассеяние на малые углы. С продвижением электронов в глубь мишени они теряют часть энергии, возрастает вероятность упругих взаимодействий, т.е. возрастает угол рассеяния, а это в свою очередь ведет к увеличению поперечных размеров области взаимодействия с ростом глубины. Таким образом из общих соображений следует, что область взаимодействия должна иметь форму груши, висящей от поверхности внутрь мишени. На рис.5.8 показан вид области взаимодействия и её ориентация под поверхностью мишени.



Рис.5.8. Общий вид области взаимодействия электронов зонда с мишенью.

Область взаимодействия можно наблюдать экспериментально, используя некоторые органические материалы, например, *полиметилметакрилат*, в

которых под действием электронов происходят химические реакции, приводящие к частичному или полному распаду молекул [18]. Можно подобрать специальные растворители, которые будут удалять разложившиеся молекулы, в результате в материале образуется полость, соответствующая области взаимодействия электронов с веществом мишени. На рис.5.9 показана область взаимодействия, полученная таким способом. Как и следует из соображений, приведенных выше, глубина области взаимодействия примерно соответствует полной длине пробега электрона в веществе мишени и составляет согласно формулы Канайя-Окаяма несколько микрон. Из рис.5.9 видно, что глубина области взаимодействия несколько больше её ширины.

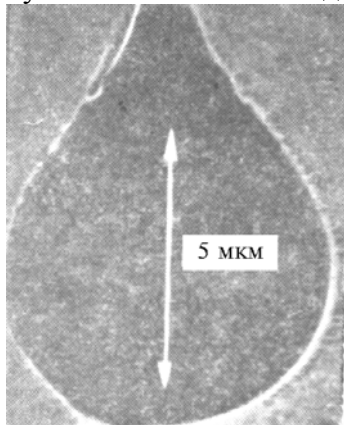


Рис.5.9. Область взаимодействия электронного пучка с мишенью из полиметилметакрилата, полученная после растворения продуктов распада [18].

Траектории движения электронов, а, следовательно, и параметры области взаимодействия могут быть получены из расчетов по методу Монте-Карло. Суть таких расчетов состоит в следующем [19,20]. Электрон зонда с энергией E_z попадает на поверхность мишени в некоторую точку r_0 . В результате упругого или неупругого взаимодействия электрон отклонится от первоначального направления движения на угол φ_0 и, двигаясь в материале мишени с новым значением энергии E_0 , пройдет расстояние δr_0 до следующего акта взаимодействия в точке r_1 . В этой точке произойдет новое взаимодействие, в результате чего параметры очередного отрезка траектории будут $(\varphi_1, E_1, \delta r_1)$. Каждая следующая точка взаимодействия на траектории будет характеризоваться параметрами $(\varphi_i, E_i, \delta r_i)$. Расчет траектории и потерь энергии производится до тех пор, пока энергия электрона не уменьшится до некоторого порогового значения (≈ 500 эв), при котором происходит захват электрона зонда мишенью.

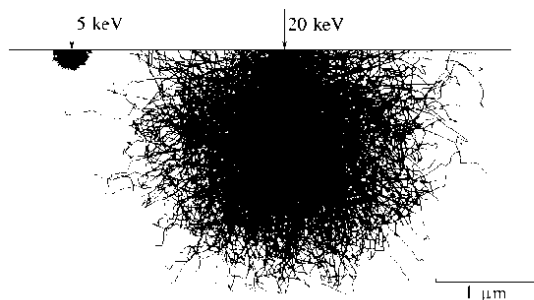


Рис.5.10. Характер траекторий электронов, полученных в результате расчета по методу Монте-Карло, и формирование области взаимодействия [20].

Значения $(\varphi_i, E_i, \delta r_i)$ получают из соответствующих распределений по закону случайных чисел. Число шагов в расчете оказывается достаточно большим, порядка 1000.

Для получения хорошей статистики приходится рассчитывать порядка нескольких тысяч траекторий. Если теперь нанести все полученные таким образом траектории на диаграмму (см. рис.5.10), получится расчетное изображение области взаимодействия.

Часто на практике для грубых оценок области взаимодействия по формуле Канайе-Окаяме определяют полную длину пробега электронов для заданного значения энергии зонда, и из точки на поверхности мишени строят полусферу этого радиуса, выделенная полусфера и принимается для простоты за область взаимодействия электронов зонда с мишенью.

5.4. ФОРМИРОВАНИЕ КОНТРАСТА В РЭМ

5.4.1. ОСНОВНЫЕ МЕХАНИЗМЫ ФОРМИРОВАНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ В РЭМ

Механизмы формирования изображения в РЭМ отличаются от формирования изображения в оптическом или просвечивающем электронных микроскопах. В оптическом и просвечивающем ЭМ изображение формируется при помощи линз и носит, таким образом, дифракционный характер. Изображение в РЭМ - это результат отображения изменений от точки к точке в характере взаимодействия электронов зонда с поверхностью мишени [5-11,14,15,22]. Если в точке A_1 вторичный сигнал имеет величину S_1 , а в соседней точке A_2 - соответственно S_2 , то говорят, что существует контрастность между этими точками, характеризуемая коэффициентом контраста

$$C = 2 \cdot \frac{S_1 - S_2}{S_1 + S_2} = \frac{\Delta S}{S}. \text{ Контраст между двумя точками на изображении может}$$

различаться вследствие различия во взаимодействии электронов зонда с материалом мишени.

Контраст, определяемый атомным составом мишени. Рассмотрим, например, формирование контраста на образце, имеющем области, различающиеся по атомному составу. Ранее отмечалось, что коэффициент отражения электронов η зависит от атомного номера и растет с ростом последнего. Поэтому на экране монитора РЭМ области, содержащие элементы с высоким атомным номером, будут иметь более светлый контраст по сравнению с более легкими элементами. Таким образом можно проводить качественный анализ атомного состава поверхности, используя полированные и даже не травленные образцы. Следует подчеркнуть, что коэффициент истинно вторичной эмиссии слабо зависит от атомного номера и, следовательно, во вторичных электронах такой контраст наблюдаться не будет.

Топографический контраст. Наибольшее применение методы РЭМ получили для изучения топографии поверхности. Этот тип контраста возникает за счёт влияния рельефа поверхности на отраженные, и вторичные электроны и имеет большое сходство с изображением, формируемым в световом микроскопе, и поэтому интерпретация его во многом аналогична описанию контраста в оптическом микроскопе. Выше отмечалось, что коэффициент вторичной эмиссии существенно зависит от ориентации образца по отношению к падающему пучку, причем с ростом угла падения растет и коэффициент вторичной эмиссии. С другой стороны, в рассеянии электронов присутствует ориентационный эффект - наибольшее число отраженных электронов лежит в плоскости падения и направлено в сторону движения первичных электронов (угол падения приблизительно равен углу отражения). Следует подчеркнуть, что при формировании топографического контраста в отраженных электронах преимущественную роль играет ориентационный эффект, в то время как контраст во вторичных электронах обусловлен в основном зависимостью $\eta(\theta)$. Интерпретация изображений рельефа поверхности, получаемых с помощью РЭМ, относительно проста и может быть основана на обычных приемах, используемых при анализе оптических микрофотографий. Однако качество изображений, получаемых с помощью РЭМ, всегда выше, чем на оптических

фотографиях, так как в РЭМ значительно выше глубина резкости. Так при увеличении $\times 500$ глубина фокуса может достигать ~ 0.5 мм, что в тысячи раз больше, чем в оптическом микроскопе. Этот факт является очень важной отличительной особенностью растрового микроскопа.

Контраст каналирования электронов. Как уже отмечалось выше количество покинувших мишень электронов (отраженных и вторичных) быстро уменьшается с увеличением глубины на которой произошел последний перед выходом электрона акт взаимодействия. С другой стороны известно, что электроны при определенных углах падения могут захватываться каналами, которые образуются системами кристаллографических плоскостей. Для простоты рассуждений будем рассматривать только системы кристаллографических плоскостей перпендикулярные поверхности кристалла. Понятно, что угол входа электронов определяется отклонением пучка от оси прибора и в процессе сканирования изменяется. Из теории дифракции известно, что для электронов падающих на кристалл под точным Брегговским углом для данной системы плоскостей происходит резкое увеличение глубины проникновения электронов в материал мишени (эффект Бормана). Поэтому в этой точке поверхности кристалла происходит резкое уменьшение выхода электронов, что соответствует уменьшению её контраста на изображении. Следовательно, если электронный зонд в процессе сканирования проходит угловой интервал от $\theta < \theta_B$ через $\theta = \theta_B$ до $\theta > \theta_B$, на экране монитора в месте соответствующем условию $\theta = \theta_B$ возникнет узкая темная полоса параллельная данной системе кристаллографических плоскостей. При малых увеличениях прибора ($10 \div 20\times$) максимальный угол отклонения пучка от оптической оси при сканировании составляет приблизительно $\pm 10^\circ$. Если величина брегговского угла для какого-то семейства плоскостей лежит в этом интервале углов, возникнет контраст каналирования в виде полосы отображающей это семейство плоскостей. В случае когда это условие удовлетворяется для нескольких семейств плоскостей, на экране монитора формируется изображение пересекающихся полос, каждая из которых связана со своим определенным семейством кристаллографических плоскостей. Этот контраст получил название контраста каналирования [5-11,21]. Обычно он используется для определения пространственной ориентировки кристалла или отдельных его участков.

Магнитный контраст. Так как на траектории движения электронов влияют магнитные поля, имеющиеся в образце или вблизи его поверхности, растровая микроскопия позволяет исследовать распределение магнитных полей на поверхности магнитных материалов. Все магнитные материалы можно условно разделить на две группы: одноосные кристаллы, у которых магнитные поля доменов замыкаются внешними полями вблизи образца; и кристаллы более высокой магнитной симметрии с очень малыми внешними полями благодаря присутствию в приповерхностном слое специальных замыкающих доменов. Из электродинамики хорошо известно, что на электрон, движущийся в магнитном поле, действует сила Лоренца

$$\mathbf{F} = -e \cdot [\mathbf{v} \times \mathbf{B}], \quad (5.25)$$

где \mathbf{B} - магнитная индукция; \mathbf{v} - скорость электрона; e - заряд электрона. Различают магнитный контраст 1-ого и 2-ого рода. Контраст, возникающий из-за перераспределения вторичных низкоэнергетических электронов во внешнем магнитном поле над поверхностью образца, получил в литературе название

магнитного контраста первого рода. Магнитный контраст второго рода образуется в результате взаимодействия первичных электронов с магнитным полем внутри образца, когда под действием силы Лоренца происходит отклонение электронов, причем в соседних *180-градусных* доменах - в противоположную сторону. Соответствующим наклоном образца можно так изменить путь электронов, что возникнет асимметрия контраста в соседних доменах.

Потенциальный (вольтовый) контраст. Совершенно очевидно, что аналогичные эффекты должны возникать и под действием неоднородностей электростатических полей на поверхности образца. Следует однако отметить, что заметный эффект возможен только для низкоэнергетических электронов с энергией порядка нескольких десятков эв. Механизм такого контраста связан с изменением числа вторичных электронов, попадающих в детектор из различных точек образца за счет изменения их траекторий под действием распределенного потенциала на поверхности. Этот тип контраста особенно эффективно используется для наблюдения интегральных схем разной степени сложности в процессе их работы, и позволяет наблюдать за изменениями потенциального рельефа, происходящими при разнообразных переключениях в схеме.

5.4.2. МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ ВИДЕОСИГНАЛА В РЭМ

Как показывают специальные исследования, человеческий глаз может воспринимать примерно 12 градаций яркости (*уровней серого*) в шкале почернений ($0 \div 1$) от абсолютно белого до абсолютно черного. Это составляет примерно 5% всей динамической широты фотоматериала. В то же время, как уже отмечалось ранее, величина тока вторичной эмиссии мала и для управления яркостью монитора требуется значительное усиление видеосигнала. Причём даже после необходимого усиления полезная информация (переменная составляющая сигнала) может быть не видна на экране, так как она может содержаться в интервале изменений, значительно меньшем 5% от полного диапазона сигнала. В этих случаях возникает необходимость такого преобразования видеосигнала, при котором полезная информация будет видна на экране монитора. Так как в РЭМ сигналы, идущие от каждой точки объекта разделены во времени, эта задача может быть легко решена радиотехническими средствами. По существу задача сводится к преобразованию функции изображения $f(x,y)$ (картинки) при помощи некоторого оператора G таким образом, чтобы переменная, составляющая сигнала, стала доступна наблюдению. Для этой цели разработано несколько приемов [5-11,22].

Обращение контраста. Иногда при анализе сложных изображений бывает удобно изменить знак контраста на обратный. Это легко достигается вычитанием видеосигнала из некоторой постоянной составляющей $f(x,y) = A - f(x,y)$. В современных растровых микроскопах обычно имеется такой режим работы.

Дифференциальное усиление. Этот метод обработки изображения иногда называется в литературе "методом подавления постоянной составляющей" и состоит в вычитании из функции изображения некоторой постоянной составляющей (пьедестала) и последующего усиления в K раз полученной разности

$$f(x, y) = K \cdot [f(x, y) - a]. \quad (5.26)$$

Нелинейное усиление (гамма-режим обработки). В целом ряде случаев возникает ситуация, когда некоторая часть деталей изображения заключена в очень узком интервале динамического диапазона, в то время как другая часть изображения охватывает весь динамический диапазон. В этом случае единственным способом наблюдения является нелинейное усиление видеосигнала, т.е. искусственное "деформирование" изображения $f(x, y) = [f(x, y)]^{1/\gamma}$. Изменяя величину γ от нескольких десятых долей до нескольких единиц, можно перемещать область повышенного контраста по всему динамическому диапазону.

Дифференцирование сигнала. Дифференцирование изображения позволяет выделить высокочастотные составляющие сигнала и таким образом сделать более рельефными быстрые изменения контраста, например, края зерен, приводя к "оконтуриванию" разнообразных деталей изображения. Медленные изменения сигнала отображаются при дифференцировании средними значениями динамического диапазона. Поэтому обработка изображения путем его дифференцирования особенно полезна при определении положения, размеров и формы деталей изучаемого объекта. Поскольку дифференцирование по времени по существу соответствует дифференцированию по координате x , изображение приобретает определенную анизотропию, которая отсутствует в реальном объекте. Это следует иметь в виду особенно при отображении деталей, параллельных оси x .

Y-модуляция. Этот способ обработки видеоизображения позволяет получить на экране псевдо-пространственное изображение объекта за счёт того, что видеосигнал управляет не яркостью на мониторе, а величиной смещения по координате y . При этом получается как бы рельефное изображение поверхности и усиливается (улучшается) изображение мелкомасштабной структуры образца. Необходимо отметить, что обработка изображения при помощи Y-модуляции искажает пространственное расположение деталей на картинке изображения и поэтому не может быть использовано для измерения положения последних.

Рассмотренные выше примеры обработки изображения показывают, сколь широки возможности получения и представления изображения в РЭМ по сравнению с традиционной оптической микроскопией. Естественно приведенные примеры не исчерпывают всего многообразия применяемых в настоящее время методов обработки видеоизображения.

5.5. РЕНТГЕНОВСКИЙ МИКРОАНАЛИЗ

В 1949 году появилась публикация французского исследователя Р.Кастена, в которой сообщалось о новом приборе для определения атомного состава материалов - рентгеновском микроанализаторе. Идея такого прибора была высказана и запатентована двумя годами ранее в 1947 году Д.Хиллером, однако в последующей литературе создание рентгеновского микроанализа однозначно связано с именем Р.Кастена [23,24]. В разделе 5.3.2 были рассмотрены основные процессы, приводящие к образованию рентгеновского отклика образца на воздействие микрозонда. Испускаемый мишенью рентгеновский спектр практически однозначно связан с атомным составом образца и позволяет достаточно точно определить содержание входящих в него элементов. Можно сказать, что рентгеновский спектр - это своеобразные "отпечатки пальцев", позволяющие при помощи определённой процедуры проводить идентификацию образцов, нужно только определить положения и интенсивности всех линий рентгеновского спектра.

5.5.1. МЕТОДЫ РЕГИСТРАЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО СПЕКТРА

Для определения элементного состава образца рентгеновское излучение, генерируемое образцом-мишенью, разлагается в спектр по длинам волн при помощи какого-либо диспергирующего элемента. В электронно-зондовом микроанализе используются два способа измерения рентгеновского спектра - метод кристалл-дифракционного спектрометра и энерго-дисперсионный метод. Каждый из этих методов имеет и свои достоинства и свои недостатки [16,17,25,26].

Метод кристалл-дифракционного спектрометра. Измерение положения линий и их интенсивностей основано на законе Брэгга

$$\lambda = 2d \cdot \sin \theta, \quad (5.27)$$

где λ - длина волны; d - межплоскостное расстояние кристалла-анализатора; θ - брегговский угол. Упрощенная блок-схема кристалл-дифракционного спектрометра показана на рис.5.11.

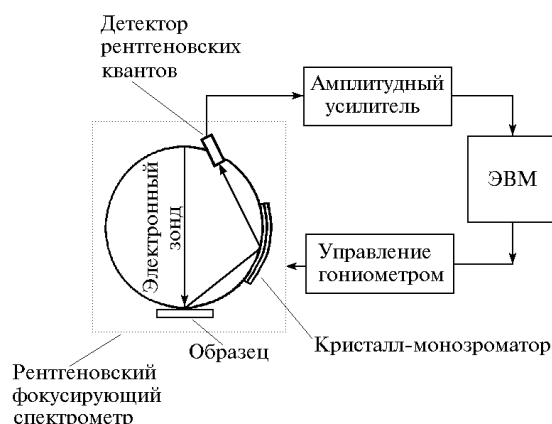


Рис.5.11. Блок-схема микро-анализатора с кристалл-дифракционным спектрометром.

Как уже отмечалось выше, ток микрозонда достаточно мал, следовательно, и сигнал рентгеновского излучения также мал, поэтому для сбора и анализа наибольшего числа квантов приходится применять геометрию

спектрометра с фокусировкой. На рис.5.12 показаны три варианта рентгеновского спектрометра. Как видно из рис.5.12а, спектрометр с плоским кристаллом не обеспечивает сбора всех лучей, испускаемых образцом, и поэтому эта геометрия не может обеспечить высокой светосилы. Это затруднение преодолевается использованием фокусирующих спектрометров. Для этого кристалл-анализатор, образец-источник рентгеновского излучения и детектор должны располагаться на круге фокусировки (круге Роуланда), имеющем радиус R , причем кристалл-анализатор должен быть изогнут так, чтобы отражающие плоскости имели радиус кривизны $2R$, а его поверхность сошлифована до кривизны R , т.е. до полного совпадения с кругом фокусировки. Это обеспечивает для всех лучей, исходящих из точки на образце, одинаковый угол падения на кристалл-монокристалл и фокусировку в точку на круге фокусировки, где расположен детектор.

На рис.5.12б-в показаны схемы спектрометров с фокусировкой всех лучей, испущенных образцом. Различают два варианта спектрометров - упрощенная схема с изогнутым кристаллом (схема Иоганна - рис.5.12б), в которой кристалл изогнут, но его поверхность не совпадает с кругом Роуланда и, следовательно, имеет заметный астигматизм, и схема по Иогансону, обеспечивающая полную фокусировку (кристалл сошлифован и его поверхность точно совпадает с кругом Роуланда - рис.5.12в).

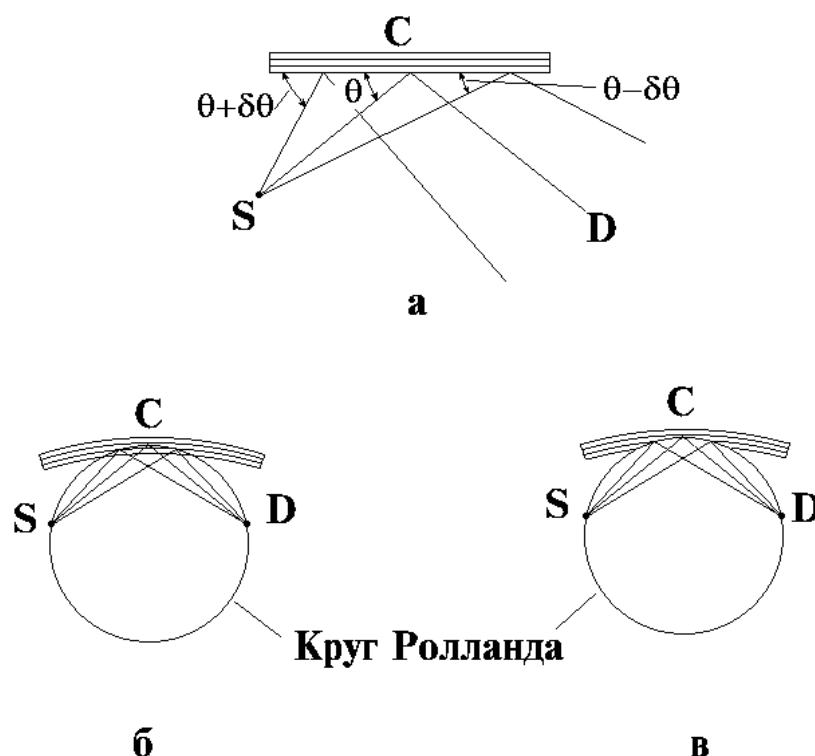


Рис.5.12. Три варианта схем рентгеновских спектрометров. а)-спектрометр с плоским кристаллом; б)-спектрометр с частичной фокусировкой по Иоганну; в)-спектрометр с полной фокусировкой по Иогансону.

Регистрация спектра для этих схем фокусировки осуществляется путем поворота круга фокусировки вокруг точки расположения образца и одновременного перемещения детектора по кругу фокусировки. Энергетическое разрешение, достигаемое на приборах этого класса, составляет обычно менее 10% .

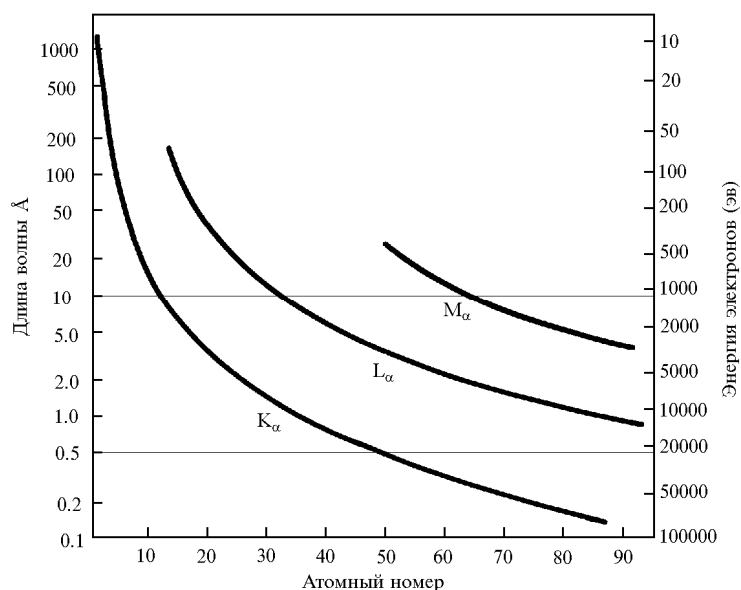


Рис.5.13. Зависимости длин волн серий K_{α} , L_{α} , M_{α} от атомного номера.

Спектр характеристического излучения, используемый в рентгеноспектральном анализе, ограничен областью $0.5 \div 10 \text{ Å}$. Это связано в первую очередь с соображениями удобства регистрации этого диапазона длин волн. Именно для этого диапазона разработаны детекторы, нашедшие наибольшее применение в практике. Для регистрации более длинноволнового излучения применяют специальные проточные пропорциональные детекторы. На рис.5.13 приведены зависимости длин волн для K , L , M - серий в зависимости от атомного номера элемента. Из рисунка становится понятно, что для идентификации легких элементов с атомными номерами до $Z \approx 40$ используются K_{α} серии линий, в то время как для более тяжелых элементов приходится использовать L_{α} серии.

Таблица 5.1. Сравнительные характеристики кристалл-монокроматоров

Кристаллы - монокроматоры	Межплоскостные расстояния $d(\text{Å})$	Рабочая область длин волн $\Delta\lambda(\text{Å})$
<i>LiF</i>	2.01	0.7-3.5
<i>Кальцит</i>	3.04	1.0-5.0
<i>Кварц</i>	4.23	1.5-5.0
<i>Этилендиамин-d-тетрат (EDDT)</i>	4.35	1.5-7.0
<i>Пентаэритрит (RET)</i>	4.39	1.5-7.0
<i>Дигидрофосфат аммония (ADP)</i>	5.3	2.0-9.0
<i>Слюда</i>	10.0	3.5-17.0
<i>Гидрофталат калия (KAP)</i>	13.3	5.0-25
<i>Стеарат свинца</i>	49.0	15.0-100

В современных приборах для рентгеновского микроанализа обычно используется два или более спектрометров, имеющих кристаллы-монокроматоры с различными значениями межплоскостных расстояний. Это позволяет одновременно проводить анализ по нескольким элементам и дает возможность для оптимизации условий проведения анализа в различных диапазонах длин волн. Ниже в таблице 5.1 приведены основные характеристики некоторых рентгеновских кристаллов-монокроматоров, используемых в микронзондовом анализе.

Энерго-дисперсионный метод регистрации спектра. С 70-ых годов в практику рентгеноспектрального микрозондового анализа начали входить энергодисперсионные полупроводниковые детекторы на основе Si , легированного Li . На базе таких детекторов в настоящее время созданы весьма совершенные энергодисперсионные системы, позволяющие анализировать спектры практически всех элементов. На рис.5.14 приведена упрощенная блок-схема энергодисперсионного спектрометра.

Рентгеновские кванты, испускаемые мишенью под воздействием электронного зонда, через тонкое бериллиевое окно попадают на вход полупроводникового детектора. Практически каждый квант вызывает появление электрического импульса, амплитуда которого пропорциональна энергии кванта. Электрические импульсы усиливаются специальными малошумящими усилителями, сортируются многоканальным анализатором или ЭВМ по амплитудам, выдаются в графическом виде на экран монитора и одновременно регистрируются в памяти ЭВМ или многоканального амплитудного анализатора для дальнейшей обработки.

При взаимодействии с материалом детектора электрон будет расходовать свою энергию в основном на формирование полезного сигнала, однако часть энергии может расходоваться на различного рода неупругие взаимодействия, в результате чего будет наблюдаться разброс импульсов по амплитуде. Поэтому полуширина линии даже для моноэнергетических электронов будет сильно зависеть от таких шумовых потерь энергии. Для снижения уровня шумов полупроводниковых детекторов используют охлаждение детектора и входного предусилителя до температуры жидкого азота. Таким способом удастся довести разрешение детекторов до величины $100-150$ эв.

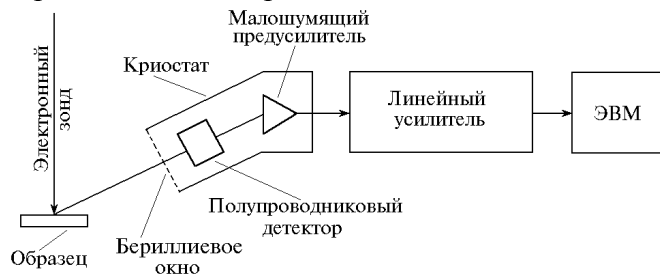


Рис.5.14. Блок-схема энергодисперсионного рентгеновского спектрометра. 1- бериллиевое окно; 2- полупроводниковый детектор рентгеновских квантов; 3- малошумящий предусилитель; 4-криостат; 5-ЭВМ

Энергодисперсионные спектрометры имеют одно очень важное преимущество по сравнению с кристалл-дифракционными спектрометрами - они не требуют перемещений детектора в камере спектрометра, т.к. весь спектр регистрируется одновременно для всех длин волн.

И хотя разрешение энергодисперсионного спектрометра существенно уступает кристалл-дифракционному, простота кинематической конструкции и экспрессность метода регистрации ставят энергодисперсионный метод на первое место при решении большинства задач, особенно на предварительной стадии исследования, рентгеновского микроанализа. Поэтому в конструкции современных рентгеновских микроанализаторов обычно присутствуют оба типа спектрометров.

В таблице 5.2 приведены основные характеристики этих двух типов спектрометров.

Таблица 5.2. Сравнительные характеристики кристалл-дифракционных и энергодисперсионных спектрометров.

Основные параметры спектрометров	Кристалл-дифракционные спектрометры	Энерго-дисперсионные спектрометры
Энергетическое разрешение	$<10\text{эВ}$	$\approx 100\text{-}150\text{эВ}$
Эффективность детектора	$<30\%$	$95\text{-}100\%$
Требования к фокусировке	Жесткие	Отсутствуют
Скорость проведения анализа	Десятки минут- часы	Минуты

5.5.2. ПРИНЦИПЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

В основе количественного рентгеноспектрального микроанализа лежит предположение, высказанное Р.Кастеном [24] о том, что интенсивность характеристического излучения I_A , испускаемого атомами элемента A , пропорциональна концентрации C_A этого элемента в образце. Если использовать эталон из чистого элемента A , можно записать

$$C_A = \frac{I_A}{I_A^E}, \quad (5.28)$$

где I_A^E - интенсивность той же характеристической линии, получаемой от эталонного образца. Однако реальная ситуация осложняется целым рядом факторов. Во-первых, образцы, как правило, содержат существенно больше двух компонентов. Во-вторых, при взаимодействии электронов зонда и возникающего рентгеновского излучения с веществом образца-мишени возникают многочисленные процессы, приводящие к искажению измеряемых концентраций элементов, содержащихся в образце. Рассмотрим влияние факторов атомного номера, поглощения и усиления флуоресценции.

Влияние атомного номера определяется двумя конкурирующими факторами: отражением и торможением электронов зонда. Допустим, что образец состоит из матрицы с атомным номером Z_A и примеси с атомным номером Z_B . Если принять, что $Z_A > Z_B$, то при измерении концентрации примеси, состоящей из атомов B сорта, она, с одной стороны, должна занижаться за счёт того, что количество отраженных назад электронов для более тяжелого элемента A больше, чем элемента B , т.к. $\eta_A > \eta_B$. Поэтому более тяжелые атомы матрицы как бы экранируют атомы примеси. С другой стороны, потери энергии электронами зонда, т.е. тормозная способность вещества должна расти с ростом атомного номера и, следовательно, интенсивность характеристической линии рентгеновского спектра легкого элемента в тяжелой матрице должна быть больше, чем для более легкой матрицы. Следует подчеркнуть, что второй процесс будет превалировать над первым. Поэтому измеряемая концентрация элемента B в матрице A будет завышена по сравнению с реальным содержанием. Для учета этого факта необходимо вводить поправку в виде множителя k_z в формулу (5.28) на атомный номер.

Фактор поглощения рентгеновских лучей в материале образца будет также влиять на интенсивность характеристической линии, регистрируемой детектором, и, следовательно, на определяемую концентрацию элемента. Рассмотрим такой пример: пусть образец состоит из матрицы атомов A и

примеси атомов B , причем $\mu_A > \mu_B$. Тогда характеристическое рентгеновское излучение, испущенное атомами элемента B внутри объема матрицы, будет поглощаться сильнее, чем в матрице из более лёгких атомов. Поэтому измеряемая концентрация элемента B в образце будет занижена по сравнению с реальным составом. Учет этого фактора обычно осуществляется введением поправки на поглощение в виде множителя k_A в формулу (5.28) для концентрации.

Фактор флуоресценции. Если образец содержит атомы двух сортов A и B , характеристическое рентгеновское излучение, генерируемое, например, атомами A -сорта, может при определенных условиях вызывать флуоресценцию атомов B -сорта. Таким образом полное рентгеновское излучение атомов B -сорта будет состоять из двух частей - квантов, возбужденных электронами зонда и квантов, возникших в результате флуоресценции. Этот факт будет приводить к завышению измеряемой концентрации атомов B -сорта и соответствующему уменьшению измеряемой концентрации атомов A -сорта. В литературе это явление получило название фактора усиления флуоресценции или сенсibilизированной флуоресценции. Аналогичное явление возникает и под действием непрерывного рентгеновского излучения, генерируемого в образце электронами зонда. Поэтому в формулу для концентрации (5.28) необходимо ввести ещё две поправки k_F и k_C . Тогда выражение для концентрации определяемого элемента примет вид

$$C_A = k_Z \cdot k_A \cdot k_F \cdot k_C \cdot \frac{I_A^S}{I_A^E}. \quad (5.29)$$

Такой способ определения концентрации элементов по измерениям интенсивностей характеристических линий на образце и на эталонах получил название метода трех поправок, или *ZAF*-метода. В настоящее время разработаны теория и многочисленные методы расчета обсуждавшихся выше поправок, существуют специальные программы для обработки экспериментальных рентгеновских спектров на ЭВМ, позволяющие проводить полный анализ измеряемого спектра и определение концентрации входящих элементов, а также всех ошибок, возникающих при этом. Наиболее часто в практике рентгеновского микроанализа для обработки спектров используются такие программы, как *MAGIC*, *COR2*, *FRAME*. Это достаточно мощные программы, позволяющие с высокой степенью надежности получать данные об элементном составе образцов.

Рентгеновский микроанализ позволяет определять атомный состав материалов практически во всем интервале концентраций с точностью около 2%. Чувствительность анализа неоднородна по всему спектру элементов таблицы Менделеева и сильно зависит от атомного номера. Так для легких элементов, например, для *Be* ($Z=4$), предельное обнаруживаемое количество элемента составляет более 10%. С ростом атомного номера точность анализа растет и при благоприятных условиях может достигать 0.1-0.01% для *Re* ($Z=75$) [25,26].

5.6. ПРИМЕРЫ ПРИМЕНЕНИЯ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Рассмотренные выше основные принципы работы РЭМ показывают, что растровый электронный микроскоп это прибор предназначенный в первую очередь для исследования структуры поверхности. Выпускаемые в настоящее время приборы имеют увеличение от десятков до нескольких сотен тысяч раз. Как уже отмечалось растровые электронные микроскопы имеют в 10^3 раз большую величину глубины резкости по сравнению с оптическими приборами (например, при увеличении $500\times$ она составляет приблизительно 0.5 мкм). Это обеспечивает значительно более высокое качество изображения при сравнимых увеличениях и позволяет успешно применять методику получения стереопар. Для этого один и тот же участок поверхности образца регистрируется при двух положениях отличающихся поворотом на несколько градусов. Иногда для этих целей применяют два или более детекторов. Получаемые при этом изображения позволяют воссоздать объёмную картину поверхности исследуемого образца.

Одним из существенных достоинств РЭМ является возможность, в целом ряде случаев, проводить исследования образцов практически без предварительной подготовки поверхности. В более сложных случаях структурные детали поверхности могут быть выявлены путем селективного химического травления приводящего к образованию рельефа поверхности. Следует подчеркнуть, что в тех случаях, когда контраст формируется за счет слабых источников (каналирование электронов, магнитный контраст, наведенный ток, катодоллюминесценция) неровности поверхности, тонкий приповерхностный нарушенный слой, образовавшийся в результате механической шлифовки, дающие более сильный топографический контраст могут затруднить наблюдение слабого контраста. Поэтому в этих случаях необходимо удалить неровности поверхности и нарушенный слой и тем самым устранить конкурирующий источник контраста. Обычно для приготовления металлических образцов используют тонкую механическую полировку поверхности и электрополировку [27]. Такое сочетание часто дает оптимальные результаты.

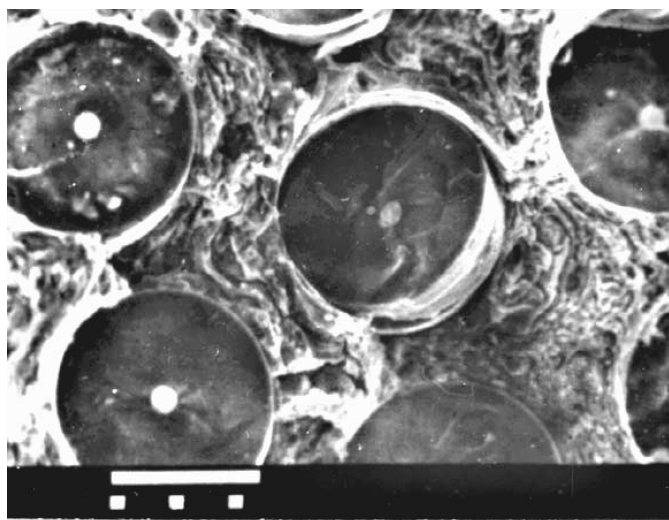
Важным условием для нормального наблюдения поверхности является её очистка от загрязнений (особенно органических), которые разрушаясь под воздействием электронов зонда, могут приводить к образованию тонкой диэлектрической пленки. Такая пленка будет заряжаться под электронным пучком и искажать изображение рельефа поверхности. Вообще проблема статического заряда поверхности в РЭМ имеет особое значение. В случае диэлектрических образцов накопление статического электричества может приводить к появлению заряженных островков затрудняющих выход вторичных электронов и нарушающих формирование изображения поверхности. Для устранения эффекта зарядки поверхности обычно используют несколько приемов: нанесение проводящего покрытия (пленки углерода, золота, алюминия) снимающего статический заряд, работа микроскопа при малых ускоряющих напряжениях, ограничение времени сканирования образца.

Толщина образцов для РЭМ не имеет определяющего значения. Образцы могут иметь размеры порядка нескольких десятков мм , и ограничиваются только конструктивными возможностями держателя.

Таким образом можно сказать, что широкий диапазон возможностей применения РЭМ в различных областях науки и в промышленных лабораториях обусловлен с одной стороны многообразием механизмов образования контраста, а с другой - чрезвычайно большой глубиной резкости изображения и высоким пространственным разрешением.

На начальных этапах РЭМ широко применялась в основном для исследования структуры поверхностей излома и специально приготовленных (избирательное химическое травление) поверхностей металлов и сплавов. На рис.5.15а в качестве примера показано SEM изображение структуры излома композиционного материала. На снимке хорошо видны волокна *В* осажденного на тонкие нити *W* и структура матрицы сплава *В-Al*. Волокно имеет достаточно сложную структуру - в центре расположена тонкая нить из чистого *W*, по периферии располагаются бориды вольфрама и по-видимому на самой поверхности имеется слой чистого *В*. Из снимка видно, что материал матрицы плотно обволакивает нити боридов вольфрама.

Рис.5.15а. Структура излома поверхности композиционного материала на основе В-Al



сплавов.

На следующем рис.5.15б показана топография излома поверхности монокристалла сапфира. За счет большой глубины резкости снимок производит объемное впечатление и позволяет судить о размерах неровностей на поверхности.

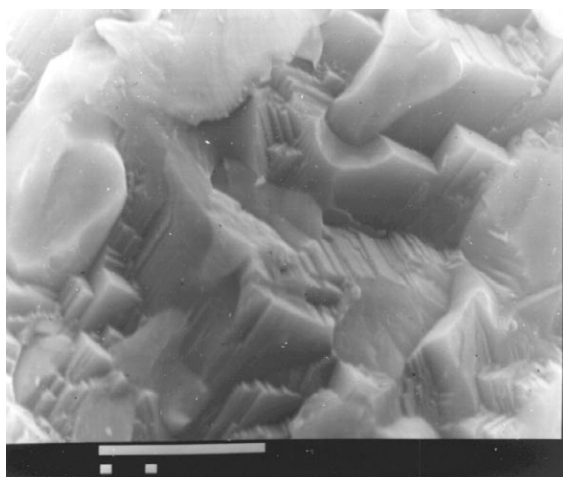
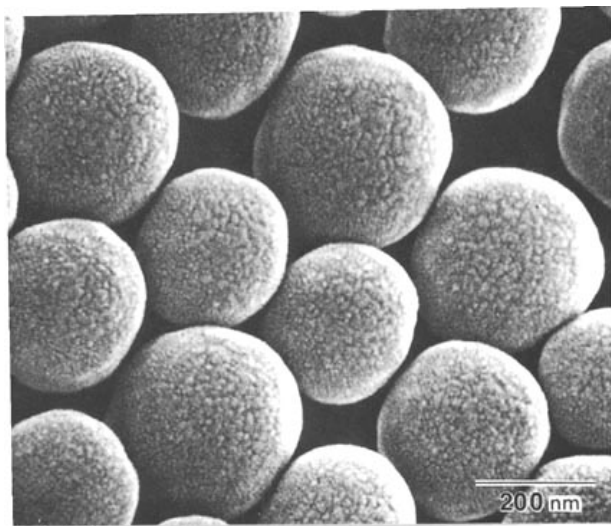


Рис.5.15б. Характерная структура поверхности излома. Монокристалл сапфира.

На рис.5.16 для иллюстрации объемности контраста связанной с большой глубиной резкости растрового микроскопа показано изображение кварцевых сфер покрытых по специальной технологии оболочкой сплава *Au-Pd* [14]. Изображение получено во вторичных электронах. Кварцевые сферы имеют размер около 200nm . На поверхности сфер хорошо видны частички *Au-Pd* осевшие на поверхности сфер в результате конденсации.



*Рис.5.16. Сферические частицы кварца покрытые по специальной технологии сплавом *Au-Pd*. Увеличение $\times 100.000$ [14].*

Растровая микроскопия оказалась чрезвычайно полезным инструментом исследования эволюции морфологии различных сплавов в процессе термообработки. На рис.5.17 показано SEM изображение поверхности шлифа эвтектического сплава $22\%Al-Zn$ в режиме вторичных электронов [28,29]. На снимке представлена типичная картина образующаяся после 900 часов отжига

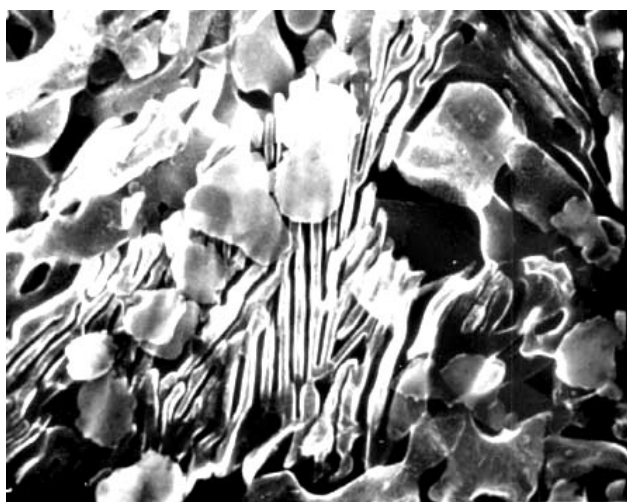


Рис.5.17. SEM изображение поверхности эвтектидного сплава $22\%Al-Zn$ после 920 часов отжига. Наблюдаются чередующиеся пласты α и β фаз разделенных когерентными границами [29].

Методами РЭМ были выполнены интересные исследования структуры эвтектических композиций на основе Al_2O_3 - $ZrO_2(Y_2O_3)$ полученных методом направленной кристаллизации [30,31]. Было установлено, что структура состоит из двух фаз - матрицы, представляющей собой альфа-оксид алюминия и тонких ламелей кубической двуокиси циркония, стабилизированной окисью иттрия. Было установлено, что при определенных условиях роста образуется регулярная

волокнистая структура ZrO_2 , причем диаметр волокон не превышает $1-2\mu m$. На рис.5.18 приведены три фрагмента излома эвтектических композиций на основе Al_2O_3 - $ZrO_2(Y_2O_3)$. На снимках хорошо видна структура колоний стержней ZrO_2 и их расположение в матрице.

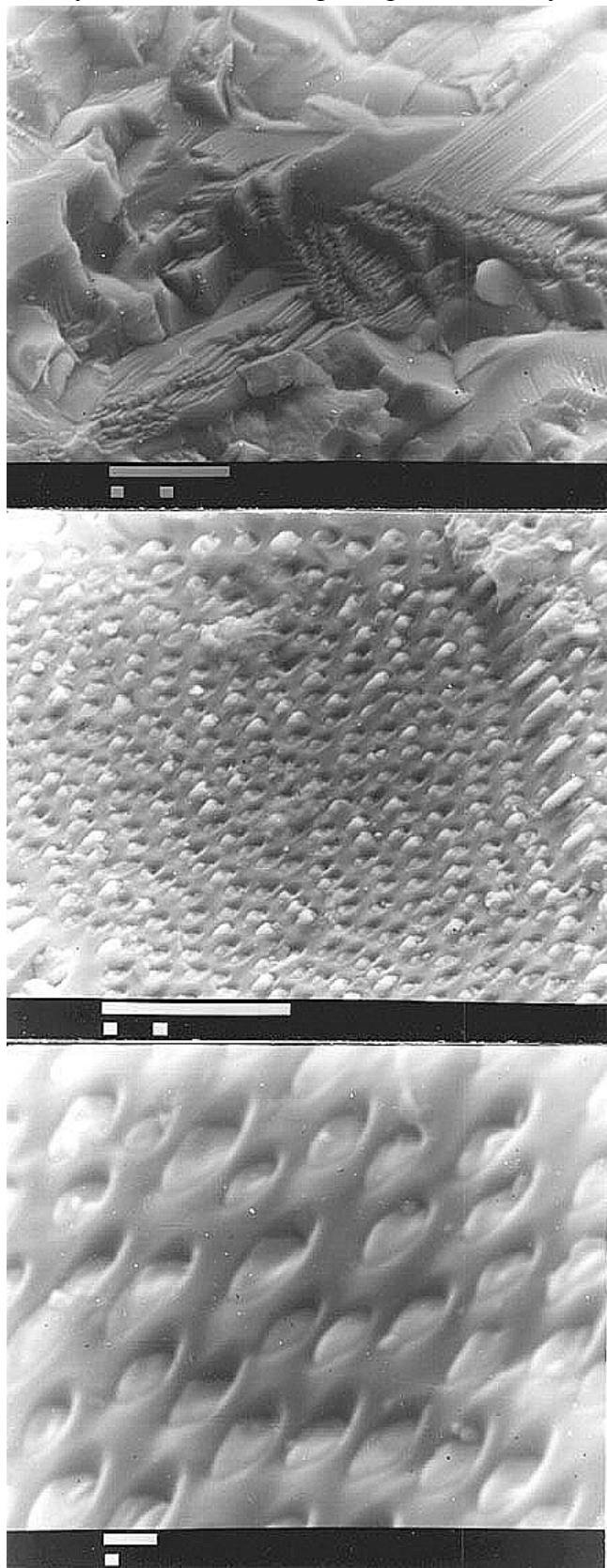


Рис.5.18. Фрагменты РЭМ изображений поверхностей излома эвтектического композита на основе Al_2O_3 - $ZrO_2(Y_2O_3)$ [31].

На рис.5.19 показана типичная лабиринтная доменная структура с большой нормальной компонентой намагниченности на поверхности монокристалла Ni . Это магнитный контраст второго рода получен во вторичных электронах.

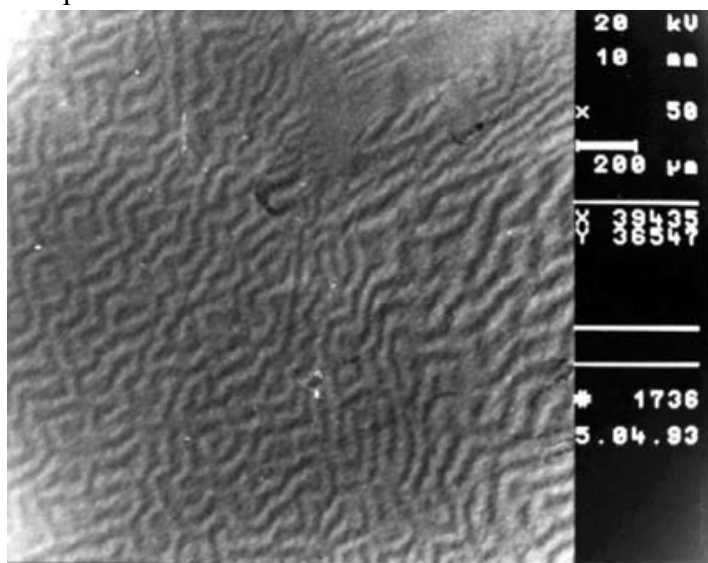


Рис.5.19. Лабиринтная магнитная доменная структура на поверхности никеля. Ускоряющее напряжение 20kV.

На рис.5.20 показана слоистая структура ниобата лития ($LiNiO_3$). Слои образованы чередованием 180-градусных электрических доменов с противоположными знаками вектора поляризации. Структура получена в процессе роста по специальной технологии. На границах слоев наблюдаются тонкие прослойки примеси. Подобные структуры используются для изготовления оптических частотных преобразователей.

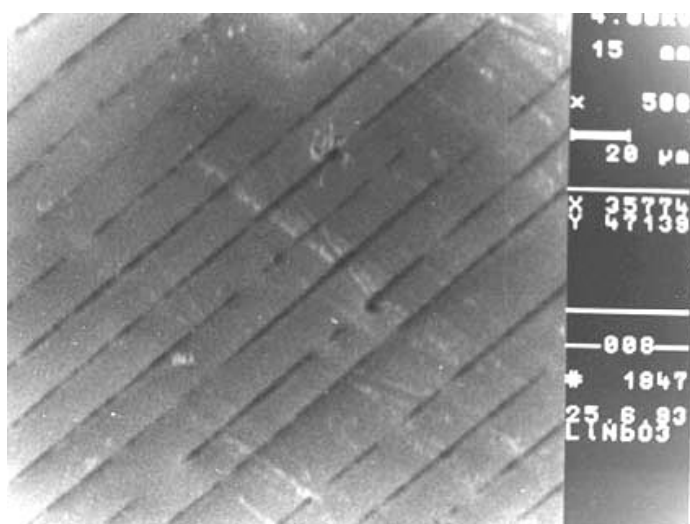


Рис.5.20. SEM изображение поверхности слоистого монокристалла $LiNiO_3$.

На рис.5.21 приведены типичные примеры картин каналирования полученные с двух ориентированных поверхностей (100) и (111) монокристалла кремния. На фотографиях хорошо видна симметрия среза. Картины каналирования позволяют быстро и надежно определять кристаллографическую ориентацию исследуемой поверхности.

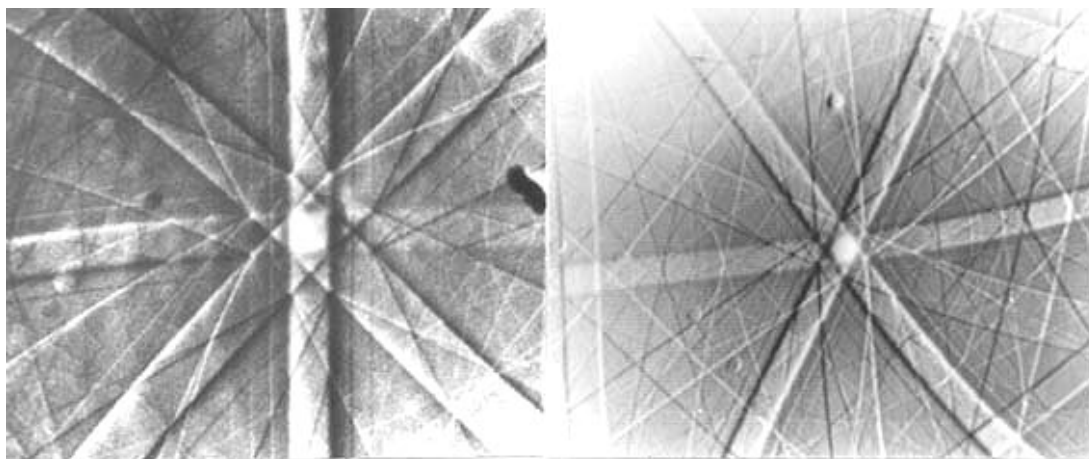


Рис.5.21 Картины каналирования полученные с поверхности (111) - а) и (100) - б) монокристалла кремния.

На рис.5.22 показано SEM изображение (светлопольное и в режиме Y -модуляции) перфорированной углеродной пленки [6]. Как видно из снимка изображение полученное в режиме Y -модуляции является псевдо-трехмерным и в некоторых случаях позволяет представить исследуемый объект более рельефно и понять его устройство.

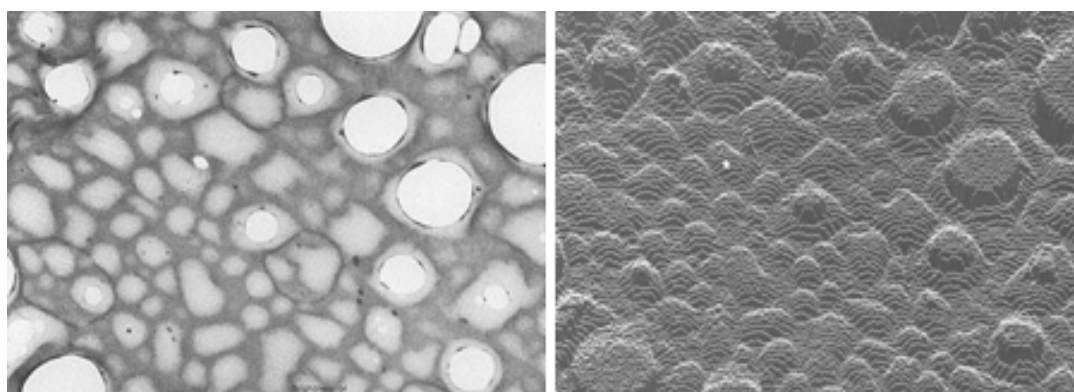


Рис.5.22. SEM изображение перфорированной углеродной пленки -а); тот же объект - в режиме Y -модуляции -б) [6].

Интересные возможности открываются при использовании методов РЭМ для исследования электрических свойств ВТСП материалов. В работах [32,33] использована методика визуализации областей с различными T_c сверхпроводящей пленки $YBa_2Cu_3O_{7-x}$, позволившая наблюдать динамику зарождения и пространственного распределения сверхпроводящих областей при изменении температуры вблизи фазового перехода. Методика основана на сильной зависимости удельного сопротивления сверхпроводника от температуры в области перехода в сверхпроводящее состояние. Модулированный по интенсивности с частотой ω электронный пучок зонда служит одновременно и для локального нагрева образца. Размер нагреваемой пучком области и прирост температуры определяется теплопроводностью пленки. Предположим, что пучок сфокусирован на области с локальной зависимостью проводимости от температуры $\rho(T)$ и вызывает нагрев на ΔT . Тогда сигнал поглощенного тока будет пропорционален $d\rho/dT$ и на экране

монитора будет представлено распределение $d\rho/dT$ по поверхности пленки. Если исходная температура пленки T была близка к температуре перехода, то изменяя частоту модуляции электронного зонда ω (т.е. степень нагрева) можно наблюдать пространственное распределение и динамику перехода различных участков пленки в сверхпроводящее состояние.

На рис.5.23 показана динамика изменений пространственного распределения $d\rho/dT$ при понижении температуры в пленке $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ на подложке из окиси циркония. Для уменьшения шунтирующего влияния массива пленки и улучшения отношения сигнал/шум на пленке сделаны разрезы так, чтобы ток протекал только через щель размером $50\mu m$. Образец помещался на охлаждаемый столик. Контраст наблюдался уже при температуре $T=90.3K$ в виде отдельных несвязных областей размером $5-15\mu m$. Дальнейшее понижение температуры приводит к расширению сверхпроводящих областей и далее к исчезновению контраста.

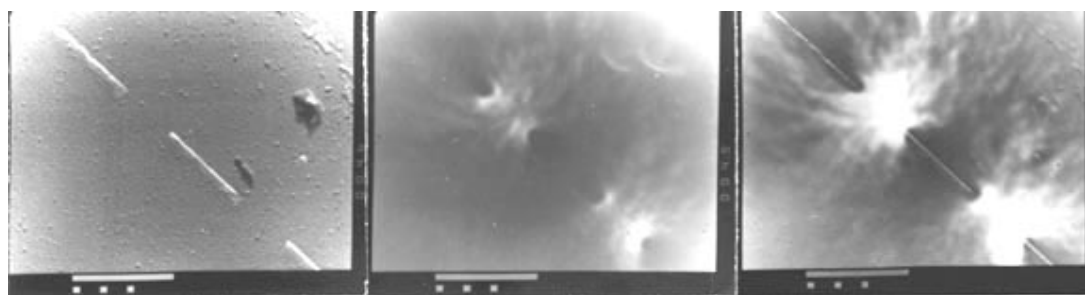


Рис.5.23. Динамика изменений пространственного распределения $d\rho/dT$ в пленке $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ при понижении температуры (длина метки $100\mu m$) а)-изображение пленки во вторичных электронах; б)-контраст поглощенного тока, $T=90.3K$; в)- $T=89.7K$ [32].

5.7. ЛИТЕРАТУРА

1. M.Knoll
Static Potential and Secondary Emission of Bodies Under Electron Irradiation
Z.Tech.Physik,16,467-475,1935
2. M.Ardenne
Z.Physik,109,553,1938
3. M.Ardenne
Z.Physik,109,407,1938
4. V.K.Zworykin, J.Hiller, R.L.Snyder
A Scanning Electron Microscope
In ASTM bull.,117,15-23,1942
5. J.I.Goldstein, D.E.Newbury, P.Echlin, D.C.Joy, C.Fiori, E.Lifshin
Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis
New York: Plenum Press,1981
6. I.M.Watt
The Principles and Practice of Electron Microscopy
Cambridge University Press,Cambridge,1985
7. Tools and Techniques in Physical Metallurgy
Edited by F.Weinberg
New York,1970,v.1,2
8. C.E.Hall
Introduction to Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1966)
9. J.W.S.Hearle, J.T.Sparrow, P.M.Cross
The Use of the Scanning Electron Microscope,
Oxford: Pergamon Press, (1972)
10. O.C.Wells, A.Boyde, E.Lifshin, A.Rezanowich
Scanning Electron Microscopy,
New York: McGraw-Hill, (1974)
11. Electron Beam Testing Technology
Editing by T.L.Thong,
New York: Plenum Press, (1993)
12. Л.Н.Добрецов, М.В.Гомоюнова
Эмиссия электронов
Москва: Физ.-мат.-лит.,1966
13. И.М.Бронштейн, Б.С.Фрайман
Вторичная электронная эмиссия
Москва: Наука,1969
14. A.Ono, K.Ueno, J.Ohyama
Point to Ponder for Observation of Fine Surface Structure,
Jeol News,24E,3,40-44,1986
15. A.Mogami
Ultimate Spatial Resolution In Scanning Auger Electron Microprobe
Jeol News,24E,3,45-48,1986
16. A.Guinier
Theorie et Technique de la Radiocristallographie
Paris: Dunod,1956

17. A.H.Compton, S.K.Allison
X-ray in Theory and Experimental
London,1935
18. R.Shimizu, T.Ikuta, T.E.Everhart, W.J.Devore
Experimental and Theoretical Study of Energy Dissipation Profiles of kev Electrons in Polymethylmethacrylate
J.Appl.Phys.46,4,1581-1584,1975
19. K.Murata, T.Matsukawa, R.Shimizu
Monte Carlo Calculations on Electron Scattering in Solid Target
Jap.J.Appl.Phys.,10,678-686,(1971)
20. R.Shimizu, K.Murata
Monte Carlo Calculations of the Electron-Sample Interactions in the Scanning Electron Microscope
J.Appl.Phys.42,1,387-394,1971
21. D.C.Joy, D.E.Newbury, D.L.Davidson
Electron Channeling Patters in the Scanning Electron Microscope,
J Appl.Phys.,53,R81-R122,1982
22. Г.В.Спивак, Э.И.Рау, М.Н.Филлипов, А.Ю.Сасов
Пути повышения разрешения и контраста в сканирующей электронной микроскопии,
В книге: "Современная электронная микроскопия в исследовании вещества"
Москва: Наука,1982
23. R.Castaing
"Application des Sondes Electroniques a Une Methode D'analyse Ponctuelle Chimique at Crystallgraphique"
University of Paris, Unpublished Ph.D.thesis, (1951)
24. R.Castaing, G.Slodzian
Microanalyse Par Emission Secondaire
J.Micros.,Paris,(1962),1,395-410
25. L.S.Birks
Electron Probe Microanalysis,
New York: Wiley-Interscience, (1971)
26. C.A.Andersen
Microprobe Analysis,
New York: Willey-Interscience, (1973)
27. M.Locquin, MLangeon
Handbook of Microscopy,
London: Butterworths & Co Ltd,1983
28. О.Н.Сеньков, М.М.Мышляев
Стабильность микроструктуры в сплаве Zn-Al эвтектоидного состава
Proc.IVSymposium on Metallography, 1986
Vysoke Tatry,Czechoslovakia,pp.67-71
29. O.N.Senkov, M.M.Myshlyev
Grain Growth in a Superplastic Zn-22%Al Alloy
Acta Met.,1986,34,1,97-106
30. V.A.Borodin, M.Yu.Starostin, T.N.Yalovets
Structure and Related Mechanical Properties of Shaped Eutectic $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ Composites
J.Cryst.Growth (1990),104,148-153
31. V.A.Borodin, A.G.Reznikov, M.Yu.Starostin, T.A.Steriopolo, V.A.Tatarchenko, L.I.Chernyshova,
T.N.Yalovets
Growth of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ Eutectic Composite by Stepanov Thechnique
J.Cryst.Growth (1987),82,177-181

32. В.Л.Гуртовой, А.В.Черных, А.Б.Ермолаев
Визуализация областей пленок $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ с различными T_c в растровом электронном микроскопе
Сверхпроводимость: физика, химия, техника, 1990, 3, 1, 45-48
33. V.L.Gurtovoi, A.B.Ermolaev, A.V.Chernykh, V.A.Goncharov
Weak-link Investigation of a YBaCuO Thin Film DC SQUID by SEM
Supercond.Sci.Technol.,(1993),6,809-813

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотренные выше методы исследования структурного совершенства кристаллов, направленные на получение качественных и количественных характеристик дефектов в кристаллах, составляют лишь незначительную часть используемого сейчас арсенала экспериментальных средств. Естественно возникает вопрос, насколько могут перекрываться возможности и области применения рассмотренных выше методов. Поэтому имеет смысл еще раз кратко остановиться на этом вопросе.

Большинство известных в настоящее время методов исследования реальной структуры кристаллов в той или иной мере основаны на анализе эффектов взаимодействия зондирующего излучения с кристаллической решеткой. Рассмотренные выше методы исследования дефектов кристаллической структуры относятся к двум группам методов. Во-первых, это так называемые интегральные методы, основанные на изучении интегральной отражающей способности кристаллов, искаженных наличием дефектов. Во-вторых, это методы прямого наблюдения изображений дефектов и анализа параметров дифракционного изображения с целью получения количественных характеристик наблюдаемых дефектов, т.е. микроскопические методы (оптическая, электронная и рентгеновская дифракционная микроскопия).

Благодаря значительным успехам дифракционной теории, достигнутым в последние годы, из анализа толщинных зависимостей интегральной отражающей способности удастся получать количественные характеристики структурного совершенства кристаллов. Эти методы оказываются эффективными в случаях однородного распределения дефектов или однородных протяженных деформационных полей. Причем плотность дефектов должна быть достаточной для заметного в эксперименте изменения статического фактора Дебая-Валлера. Например, для дислокаций величина плотности должна быть порядка 10^2 или больше. Таким образом, интегральные методы позволяют определить основные структурные характеристики дефектов - их тип и плотность распределения в кристаллической решетке. Здесь следует подчеркнуть, что эти методы не дают возможности непосредственно наблюдать расположение дефектов в кристалле.

Методы непосредственного наблюдения дефектов в отличие от интегральных методов позволяют видеть изображения дефектов в объеме кристалла. Однако, в большинстве случаев изображения дефектов имеют сложную дифракционную природу, и для определения типа дефекта и его характеристик требуется сложный анализ дифракционного изображения.

Рентгеновская дифракционная топография, как правило, имеет дело с кристаллами, в которых плотность дефектов не превышает величину $10^3 \div 10^4$ на квадратный сантиметр. Это связано с тем, что увеличение в методах рентгеновской топографии практически равно единице, а ширина дифракционного изображения, а следовательно и разрешение, например, для дислокаций, составляет величину порядка нескольких микрон. Поэтому при большей величине плотности дислокаций их изображения начинают перекрываться и следовательно теряется возможность исследовать характеристики отдельных дефектов. С другой стороны именно отсутствие заметного увеличения в методах рентгеновской топографии имеет определенное преимущество по сравнению с другими микроскопическими методами. Оно

состоит в возможности получения обзорных картин распределения дефектов по значительной площади кристалла. Так современные топографические камеры позволяют получать топограммы с кристаллов, имеющих диаметр до 150 мм .

В методах электронной микроскопии углы дифракции составляют всего несколько градусов, дифракционная ширина изображения дефектов значительно меньше, чем для дифракции рентгеновских лучей и следовательно пространственное разрешение значительно выше. Так для методов ТЕМ разрешение составляет несколько ангстрем, а для методов НРЕМ $-1.2 \div 1.4 \text{ \AA}$. Поэтому методы электронной микроскопии позволяют исследовать кристаллы с плотностью дефектов на несколько порядков большей, чем для методов рентгеновской топографии. В этом плане они безусловно дополняют друг друга. Кроме этого методы ЭМ позволяют исследовать значительно более мелкие дефекты, например, скопления точечных дефектов, дислокационные петли и пр. Методы электронной микроскопии высокого разрешения обычно используются для получения более детальных сведений о структуре дефектов на атомном уровне.

В этом ряду методы сканирующей электронной микроскопии занимают особое место. Во-первых, эти методы не являются дифракционными, хотя и относятся к микроскопическим методам. Во-вторых, в отличие от перечисленных выше они предназначены в основном для исследования тонкого приповерхностного слоя. Разрешение SEM составляет $100 \div 1000 \text{ \AA}$ в зависимости от типа используемого вторичного сигнала. Поэтому по величине разрешения эти методы занимают промежуточное место между методами рентгеновской топографии и методами просвечивающей электронной микроскопии. Область применения методов SEM чрезвычайно широка - исследование топографии поверхности, приповерхностных структурных дефектов, электрически активных дефектов, электрических и магнитных доменов, определение атомного состава поверхности и пр.

Завершая эту небольшую книгу следует отметить, что рассматриваемая область экспериментальной техники очень интенсивно развивается. Во-первых, бурно развивается теория рассеяния рентгеновских лучей, электронов, нейтронов реальными кристаллами, что видно по нарастающему числу публикаций в этой области физики твердого тела. Имеются значительные успехи в области анализа дифракционного изображения дефектов и его обработки на ЭВМ с целью очистки от шумов. На основе достижений теории дифракции последних лет появились рентгеновские микроскопы с Френелевскими фокусирующими элементами (зонные пластинки Френеля). Эти микроскопы в сочетании с мощными синхротронными источниками излучения могут дать новые интересные результаты о локальных дефектах и протяженных искажениях кристаллической решетки, например, в изучении точечных дефектов, кластеров и их взаимодействии с упругими деформациями решетки. Наконец, в последние годы появился целый класс новых высокоразрешающих микроскопов, основанных на совершенно иных принципах. Я имею в виду туннельные и атомно-силовые микроскопы. Эти приборы только начинают использоваться в физике твердого тела и несомненно обещают много интересного в изучении физики поверхности, ее структуры и дефектов.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Некоторые важные соотношения векторного анализа

$$\mathbf{a} = a_x \mathbf{i} + a_y \mathbf{j} + a_z \mathbf{k}$$

$$(\mathbf{ab}) = a_x b_x + a_y b_y + a_z b_z \text{ скалярное произведение векторов}$$

$$[\mathbf{ab}] = \begin{vmatrix} \mathbf{i} & \mathbf{j} & \mathbf{k} \\ a_x & a_y & a_z \\ b_x & b_y & b_z \end{vmatrix} \text{ векторное произведение векторов}$$

$$\mathbf{abc} = \begin{vmatrix} a_x & a_y & a_z \\ b_x & b_y & b_z \\ c_x & c_y & c_z \end{vmatrix} \text{ смешанное произведение векторов}$$

$U(\mathbf{r})$ - скалярное поле векторного аргумента

$\mathbf{V}(\mathbf{r})$ - векторное поле векторного аргумента

$$\mathbf{grad} U(\mathbf{r}) = \mathbf{i} \frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial x} + \mathbf{j} \frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial y} + \mathbf{k} \frac{\partial U(\mathbf{r})}{\partial z}$$

$$\mathit{div} \mathbf{V}(\mathbf{r}) = \frac{\partial V_x}{\partial x} + \frac{\partial V_y}{\partial y} + \frac{\partial V_z}{\partial z}$$

$$\nabla = \mathbf{i} \frac{\partial}{\partial x} + \mathbf{j} \frac{\partial}{\partial y} + \mathbf{k} \frac{\partial}{\partial z} \text{ оператор Гамильтона}$$

$$\Delta = \frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \text{ оператор Лапласа}$$

$$\nabla U(\mathbf{r}) = \mathbf{grad} U(\mathbf{r})$$

$$(\nabla \mathbf{V}(\mathbf{r})) = \mathit{div} \mathbf{V}(\mathbf{r})$$

$$\nabla \times \mathbf{V}(\mathbf{r}) = \mathbf{rot} \mathbf{V}(\mathbf{r})$$

$$\mathbf{rot}\mathbf{V}(\mathbf{r}) = \begin{vmatrix} \mathbf{i} & \mathbf{j} & \mathbf{k} \\ \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \\ V_x & V_y & V_z \end{vmatrix}$$

$$\mathbf{div}(\mathbf{rot}\mathbf{V}(\mathbf{r})) \equiv 0$$

$$\mathbf{rot}(\mathbf{grad}U(\mathbf{r})) \equiv 0$$

$$U(\mathbf{r}, t) = Ae^{i(\omega t - \mathbf{k}\mathbf{r})}$$

$$\Delta U(\mathbf{r}, t) = -k^2 U(\mathbf{r}, t)$$

$$\frac{\partial^2 U(r, t)}{\partial t^2} = -\omega^2 U(r, t)$$

Волны

$$\psi(x, t) = f_1(x - ut) + f_2(x + ut) \quad \text{общее выражение волнового возмущения}$$

$$\psi(x, y, z, t) = \psi(\mathbf{r}, t) = Ae^{i\mathbf{k}(\mathbf{r} - \mathbf{u}t)} \quad \text{плоская волна}$$

$$\Delta \psi(\mathbf{r}) - \frac{1}{u^2} \frac{\partial^2 \psi(\mathbf{r})}{\partial t^2} = 0 \quad \text{волновое уравнение}$$

$$\varphi(\mathbf{r}, t) = \frac{A}{r} \cdot e^{i\mathbf{k}(\mathbf{r} - \mathbf{u}t)} \quad \text{сферическая волна}$$

$$I(\mathbf{r}, t) = \psi(\mathbf{r}, t) \cdot \psi(\mathbf{r}, t)^*$$

Формулы ЭЙЛЕРА

$$\left. \begin{aligned} e^{\pm ix} &= \cos x \pm i \sin x \\ \sin x &= \frac{e^{ix} - e^{-ix}}{2i} \\ \cos x &= \frac{e^{ix} + e^{-ix}}{2} \end{aligned} \right\} \text{Формулы Эйлера}$$

$$\left. \begin{aligned} 2 \sin^2 \frac{\alpha}{2} &= 1 - \cos \alpha \\ 2 \cos^2 \frac{\alpha}{2} &= 1 + \cos \alpha \end{aligned} \right\}$$

$$(1 + \alpha)^2 \approx 1 + 2\alpha \text{ если } \alpha \ll 1$$

$$\frac{1}{(1 + \alpha)^n} = 1 - n\alpha$$

$$\left. \begin{aligned} a_1, \dots, a_2 &= a_1 \cdot q^1, \dots, a_3 = a_1 \cdot q^2, \dots \\ a_n &= a_1 \cdot q^{n-1} \\ \text{если } q &\leq 1 \dots q - \text{знаменатель прогрессии} \\ S_n &= a_1 + a_2 + a_3 + \dots + a_n = \frac{a_1(1 - q^n)}{1 - q} \end{aligned} \right\} \text{геометрическая прогрессия}$$

ВАЖНЫЕ СООТНОШЕНИЯ ФУРЬЕ-АНАЛИЗА

Дельта функция (функция Дирака)

$$\delta(x - a) = \begin{cases} 0 & \text{если } x \neq a \\ \infty & \text{если } x = a \end{cases} \quad \int_{-\infty}^{+\infty} \delta(x) dx = 1 \quad \delta(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} e^{2\pi i xy} dy$$

Функция Хевисайда (единичная ступенчатая функция)

$$\sigma(x - a) = \begin{cases} 0 & x < a \\ 1 & x \geq a \end{cases} \quad \frac{d}{dx} \sigma(x - a) = \delta(x - a)$$

$$\int e^{ax} dx = \frac{1}{a} e^{ax}$$

$f(x) * g(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(X) \cdot g(X-x) dX$	
$f(x) * \delta(x) = f(x)$	
$f(x) * \delta(x-a) = f(x-a)$	
$f(x)$	$\mathbb{F}\{f(x)\} = F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx$
$f(x) = \mathbb{F}^{-1}[\mathbb{F}\{f(x)\}] = \int_{-\infty}^{+\infty} F(u) e^{-2\pi i u x} dx$	
$f(-x)$	$F(-u)$
$f^*(x)$	$F^*(-u)$
$f(ax)$	$\frac{1}{a} F(u/a)$
$f(x) + g(x)$	$F(u) + G(u)$
$f(x) \cdot g(x)$	$\mathbb{F}\{f(x)\} * \mathbb{F}\{g(x)\}$
$f(x-a)$	$e^{2\pi i a u} F(u)$
$\frac{d}{dx} f(x)$	$(-2\pi i u) \cdot F(u)$
$\frac{d^n}{dx^n} f(x)$	$(-2\pi i u)^n \cdot F(u)$
$\delta(x)$	1
$\delta(x-a)$	$e^{2\pi i a u}$
$e^{-a^2 x^2}$	$\frac{\sqrt{\pi}}{a} \cdot e^{-\frac{\pi^2 u^2}{a^2}}$
$f(x) = \begin{cases} 0 & x < a/2 \\ 1 & x \geq a/2 \end{cases}$	$\frac{\sin(\pi a u)}{\pi u}$
$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2} \delta(x-na)$	$\frac{\sin(\pi N a u)}{\sin(\pi a u)}$

Дифракция на щели

$$f(x) = \begin{cases} 0 & |x| < a/2 \\ 1 & |x| \geq a/2 \end{cases} \quad F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx = \int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi i u x} dx = \frac{\sin(\pi a u)}{\pi u}$$

$$\int e^{ax} dx = \frac{1}{a} e^{ax}$$

$$f(x) = \begin{cases} 0 & |x| < a/2 \\ 1 & |x| \geq a/2 \end{cases} \quad f(x) = \sigma(x - a/2) - \sigma(x + a/2)$$

$$g(x) = \frac{d}{dx} f(x) = \delta(x - a/2) - \delta(x + a/2)$$

$$G(u) = e^{-2\pi i \frac{a}{2} u} - e^{2\pi i \frac{a}{2} u} = -2i \sin(2\pi u a)$$

$$G(u) = \mathbb{F} \left\{ \frac{d}{dx} f(x) \right\} = -2\pi i u \cdot F(u) \quad F(u) = \frac{2i \sin(\pi a u)}{2\pi i u} = \frac{\sin(\pi a u)}{\pi u}$$

Дифракционная решетка

$$f(x) = \sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2} \delta(x - na)$$

$$\begin{aligned} F(u) &= \sum_{-(N-1)/2}^{+(N-1)/2} e^{2\pi i u n a} = e^{-\pi i u a (N-1)} \cdot \sum_0^N e^{2\pi i u a n} = \\ &= e^{-\pi i u a (N-1)} \cdot \frac{e^{2\pi i u a N} - 1}{e^{2\pi i u a} - 1} = \frac{e^{-\pi i u a N}}{e^{-\pi i u a}} \cdot \frac{e^{2\pi i u a N} - 1}{e^{2\pi i u a} - 1} = \\ &= \frac{e^{\pi i u a N} - e^{-\pi i u a N}}{e^{\pi i u a} - e^{-\pi i u a}} = \frac{\sin(\pi a u N)}{\sin(\pi a u)} \end{aligned}$$

Некоторые часто встречающиеся мировые константы

$e=4,80294 \cdot 10^{-10}$ CGCE	Заряд электрона
$e/m=1,75888 \cdot 10^7$ CGCM г ⁻¹	Отношение заряда электрона к массе
$e/m=5,273 \cdot 10^{17}$ CGCE	Отношение заряда электрона к массе
$m_e=9,1083 \cdot 10^{-28}$ г	Масса электрона
$h=6,6254 \cdot 10^{-27}$ эрг сек	Постоянная Планка
$N_A=6,0247 \cdot 10^{23}$ моль ⁻¹	Число Авагадро
Размеры атомов (см)	
Порядок величины диаметра атома	10^{-8}
Радиус атома водорода	$0.53 \cdot 10^{-8}$
Радиус атома гелия	$1.05 \cdot 10^{-8}$
Радиус атома урана	$1.5 \cdot 10^{-8}$
Порядок величины диаметра атомного ядра	10^{-24}
Порядок величины объема атома (см ³)	$10^{-39}-10^{-36}$
Порядок величины расстояния между атомами твердого вещества	10^{-8}
Масса атомов (10^{-27} кг)	
Водород	1.67
Гелий	6.64
Углерод	19.9
Азот	23.2
Натрий	38.1
Алюминий	44.8
Фосфор	51.4
Железо	92.8
Медь	105
Серебро	179
Олово	197
Золото	327
Уран	395

$$1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ м} = 10^{-7} \text{ мм} = 10^{-4} \text{ мкм}$$

$$1 \text{ мкм} = 10^{-4} \text{ см} = 10^{-3} \text{ мм} = 10^4 \text{ \AA}$$

**Множительный префикс
к наименованию единиц измерения**

Множитель	Приставка		Множитель	Приставка	
	Наименование	Обозначение русское, международное		Наименование	Обозначение русское, международное
10^{18}	экса	Э, E	10^{-1}	деци	д, d
10^{15}	пета	П, P	10^{-2}	санτι	с, c
10^{12}	тетра	Т, T	10^{-3}	милли	м, m
10^9	гига	Г, G	10^{-6}	Микро	мк, μ
10^6	мега	М, M	10^{-9}	Нано	н, n
10^3	кило	к, k	10^{-12}	Пико	п, p
10^2	гекто	Г, h	10^{-15}	фемто	ф, f
10	дека	да, da	10^{-18}	атто	а, a

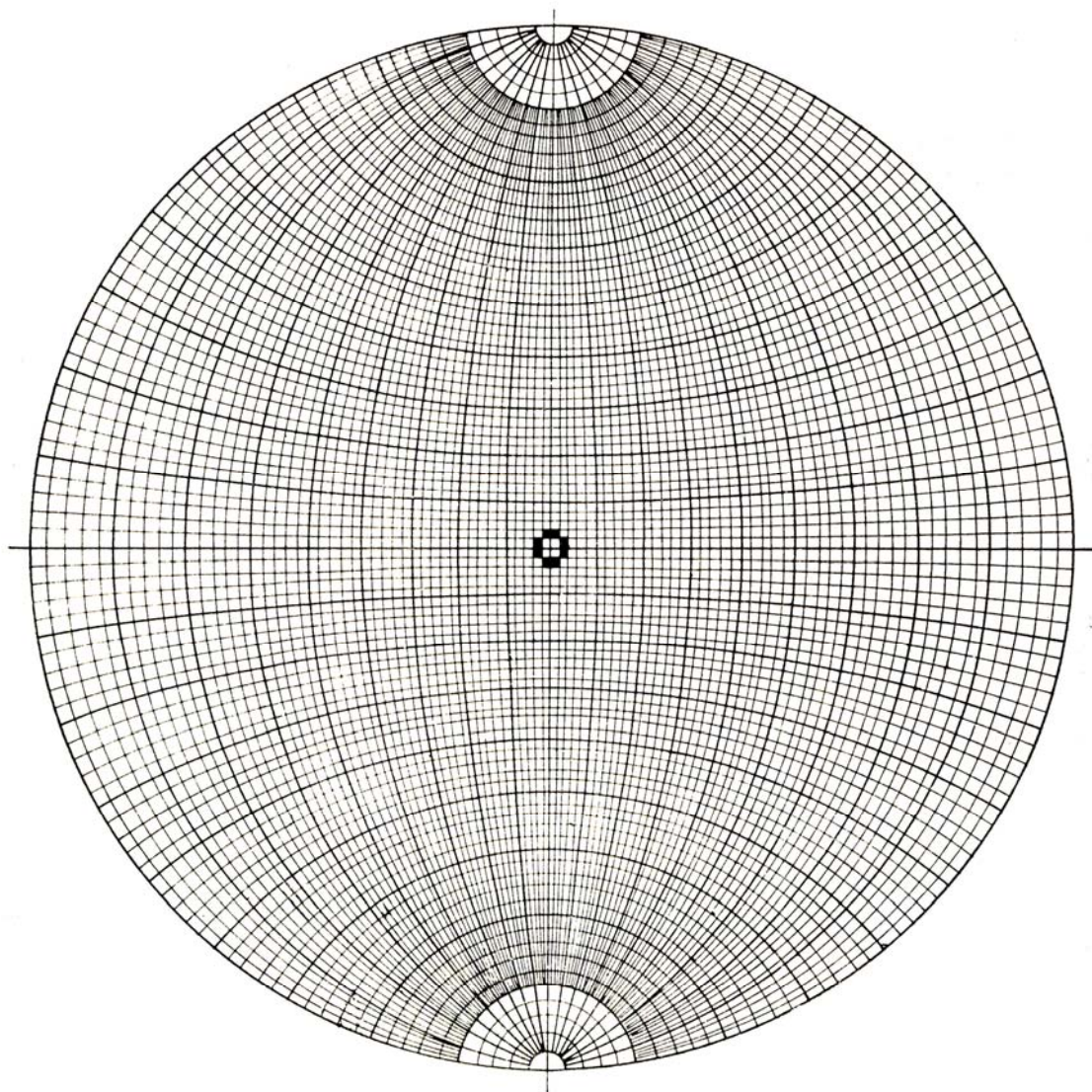
**Длина волны электронов ускоренных до энергии E(kV) без учета
релятивистских поправок**

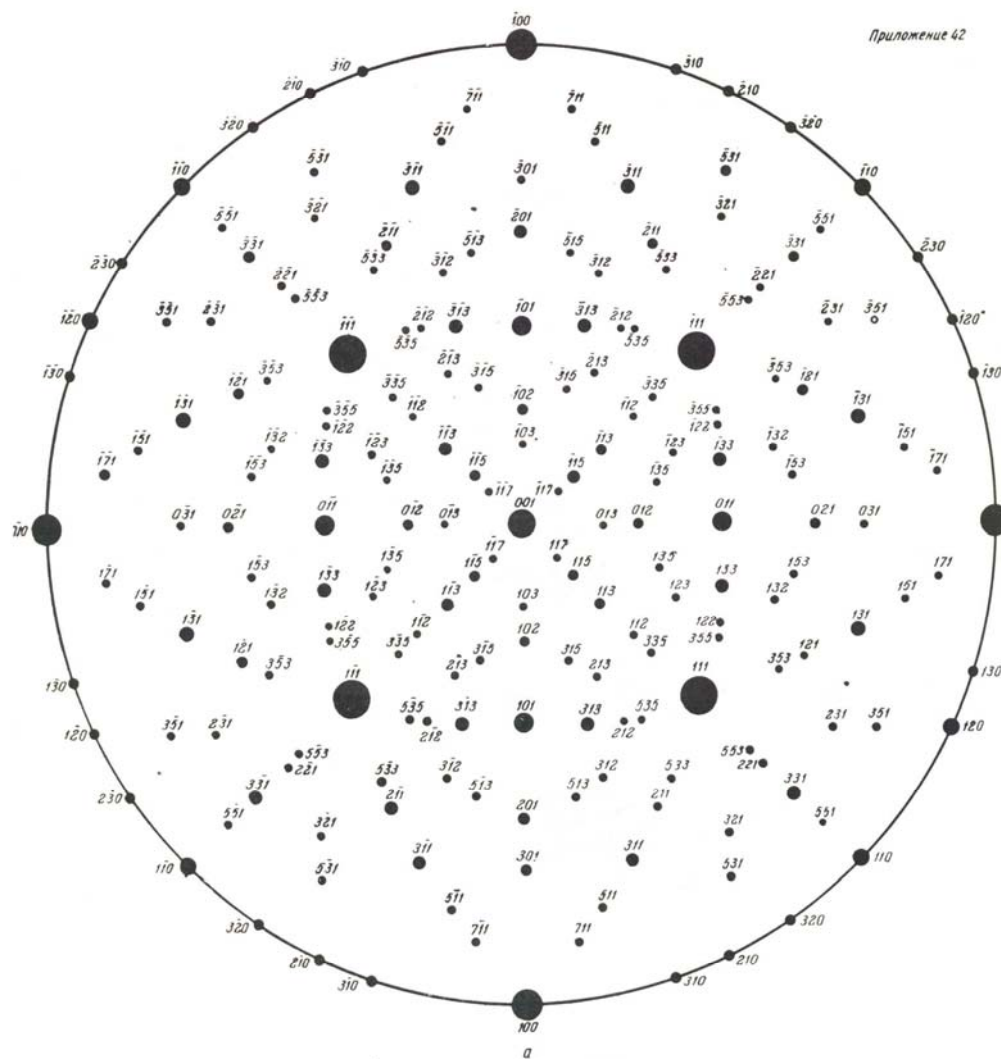
$$\lambda = \frac{h}{mv} = \frac{h}{\sqrt{2meE}}$$

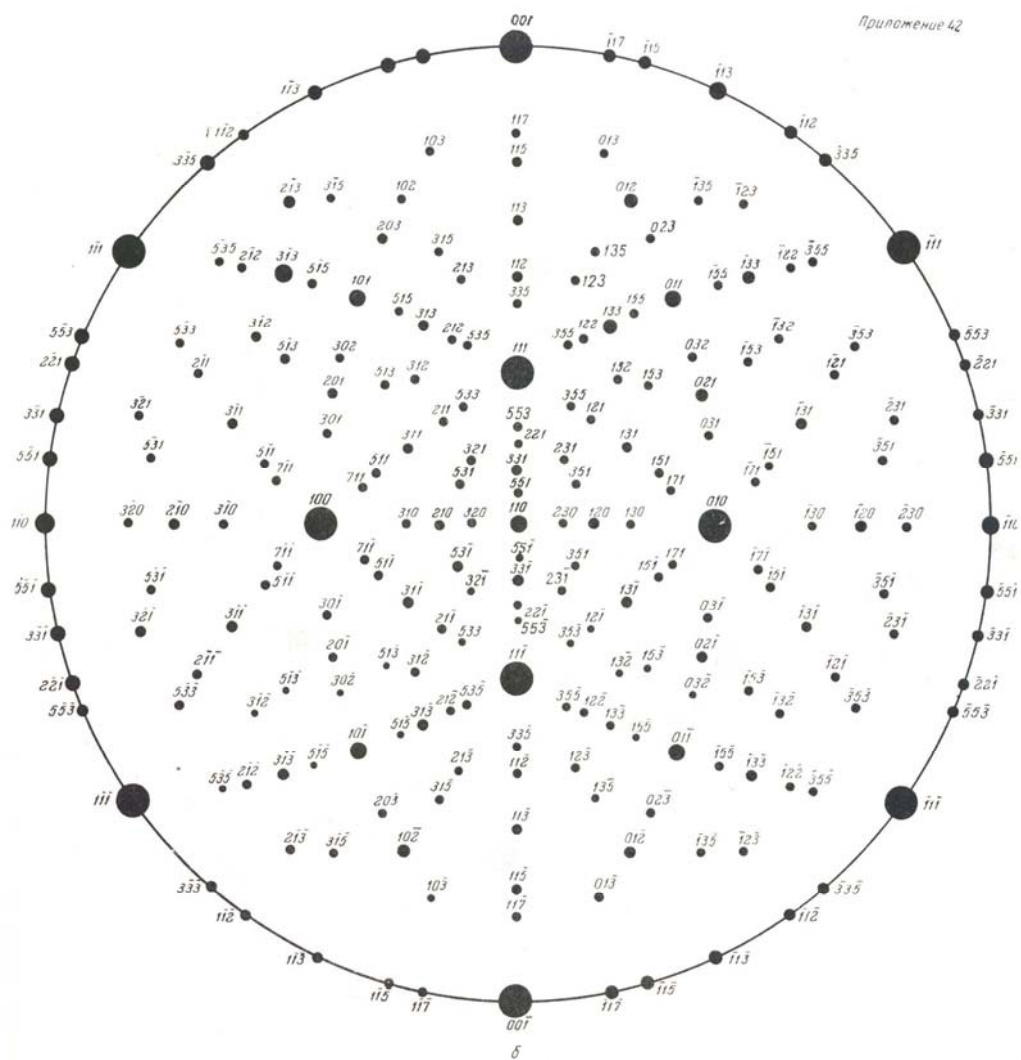
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE \left(1 + \frac{eE}{2mc^2} \right)}} = \frac{12,26}{\sqrt{E \cdot (1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} E)}} \left(\overset{\circ}{\text{A}} \right)$$

E(kV)	$\lambda_e (\text{\AA})$
1	0,3876
10	0,1220
100	0,037
400	0,016

ПРИЛОЖЕНИЕ
СТЕРЕОГРАФИЧЕСКИЕ ПРОЕКЦИИ







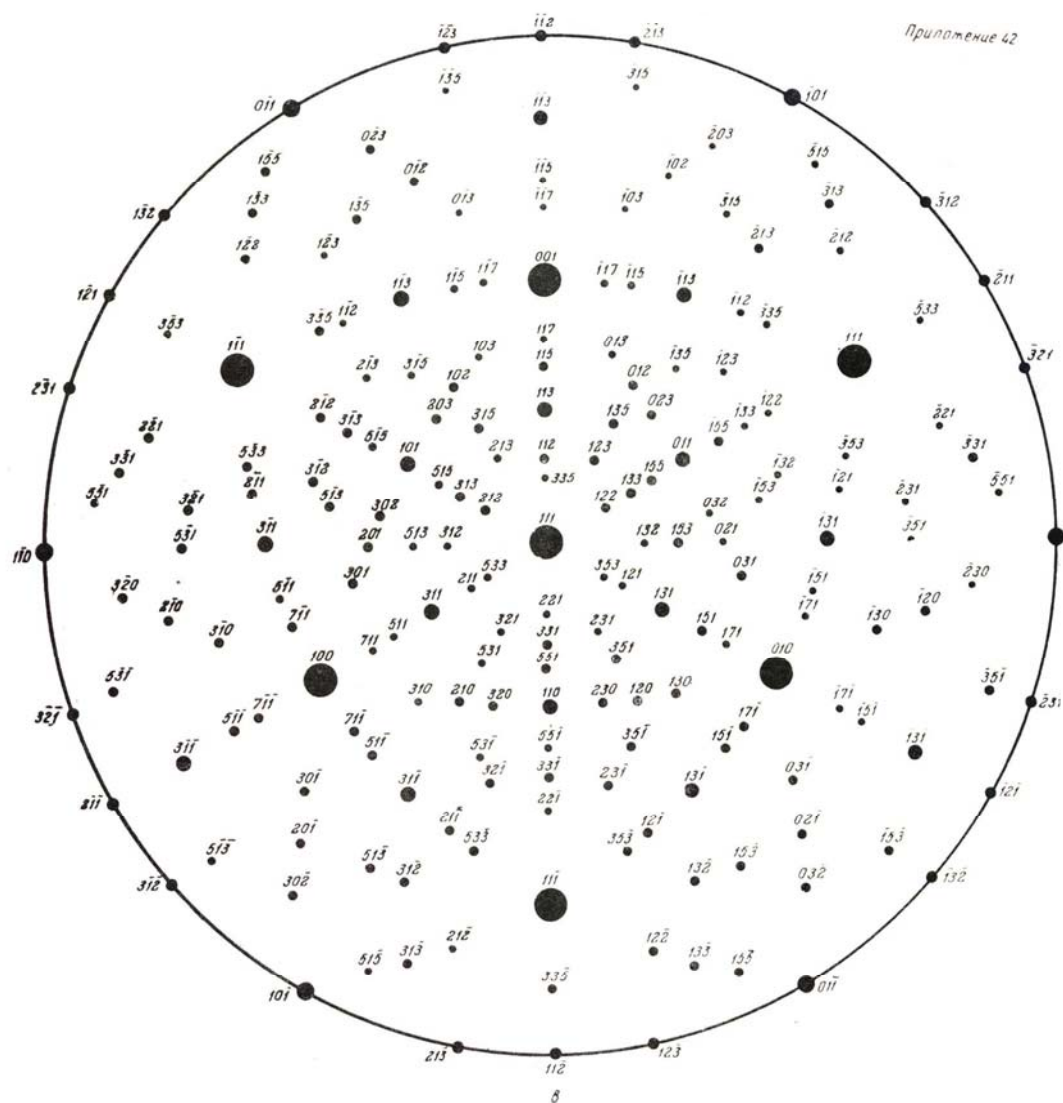


ТАБЛИЦА
Установочных брегговских углов для германия $a=5,657\text{\AA}$

hkl	CuK $_{\alpha}$ $\lambda=1,5405\text{\AA}$		MoK $_{\alpha}$ $\lambda=0,7093\text{\AA}$		AgK $_{\alpha}$ $\lambda=0,5594\text{\AA}$	
	θ	2θ	θ	2θ	θ	2θ
111	13,6	27,2	6,2	12,4	4,9	9,8
220	22,6	45,2	10,2	20,4	8,0	16,0
400	32,9	65,8	14,5	29,0	11,4	22,8
422	41,7	83,5	17,5	35,0	14,0	28,0
333	44,9	89,8	18,6	37,2	14,9	29,8
440	50,2	100,4	20,7	41,4	16,2	32,4
444	70,3	140,6	25,7	51,4	20,0	40,0

ТАБЛИЦА
Установочных брегговских углов для кремния $a=5,4306\text{\AA}$
и соответствующие экстинкционные длины Λ

hkl	CuK $_{\alpha}$ $\lambda=1,5405\text{\AA}$			MoK $_{\alpha}$ $\lambda=0,7093\text{\AA}$			AgK $_{\alpha}$ $\lambda=0,5594\text{\AA}$		
	θ	2θ	$\Lambda_{\sigma} / \Lambda_{\pi}$ мкм	θ	2θ	$\Lambda_{\sigma} / \Lambda_{\pi}$ мкм	θ	2θ	$\Lambda_{\sigma} / \Lambda_{\pi}$ мкм
111	14,2	28,4	18,3/20,8	6,5	13,0	41,4/42,4	5,1	10,2	52,7/53,6
220	23,6	47,2	15,4/22,7	10,6	21,2	36,5/39,2	8,4	16,8	46,8/48,9
400	34,5	69,0	16,5/46,3	15,2	30,4	42,9/49,7	11,9	23,8	55,4/60,6
422	44,0	88,0		18,7	37,4	48,1/60,4	14,7	29,4	62,7/71,9
333	47,5	95,0		19,8	39,6	71,4/92,7	15,5	31,0	93,3/108,9
440	53,4	106,8	15,6/54,1	22,0	44,0	54,1/74,4	17,0	34,0	70,8/85,3
444	79,4	158,8	6,2/6,6	27,0	54,0	66,9/113,2	20,9	41,8	89,2/119,7

УГЛЫ МЕЖДУ ПЛОСКОСТЯМИ КРИСТАЛЛА КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ

$\{h_1k_1l_1\}$	$\{h_2k_2l_2\}$	Угол между плоскостями $\{h_1k_1l_1\}$ и $\{h_2k_2l_2\}$ в кубическом кристалле				$\{h_1k_1l_1\}$	$\{h_2k_2l_2\}$	Угол между плоскостями $\{h_1k_1l_1\}$ и $\{h_2k_2l_2\}$ в кубическом кристалле					
100	100	0°	90°			210	210	0°	36°52'	53°8'	66°25'	78°28'	90°
	110	45°	90°			211	211	24°6'	43°5'	56°47'	79°29'	90°	90°
	111	54°44'				221	221	26°34'	41°49'	53°24'	63°26'	72°39'	90°
	210	26°34'	63°26'	90°	—	311	311	19°17'	47°36'	66°8'	82°15'		
	211	35°16'	65°54'		—								
	221	48°11'	70°32'		—								
311	25°14'	72°27'		—									
110	110	0°	60°	90°		211	211	0°	33°33'	48°11'	60°	70°32'	80°24'
	111	35°16'	90°			221	221	17°43'	35°16'	47°7'	65°54'	74°12'	82°12'
	210	18°26'	50°46'	90°	—	311	311	19°8'	42°24'	60°30'	75°45'	90°	
	211	30°1'	54°44'	71°34'	73°13'								
	221	19°28'	45°	76°22'	90°								
	311	31°29'	64°47'	90°	—								
111	111	0°	70°32'			221	221	0°	27°16'	38°57'	63°37'	83°37'	90°
	210	39°14'	75°2'										
	211	19°28'	61°52'	90°	—								
	221	15°48'	54°44'	78°54'	79°58'								
	311	29°30'	58°30'										
						311	311	0°	35°6'	50°29'	62°58'	84°47'	—

Сингонии	Угол φ между плоскостями $h_1k_1l_1$ и $h_2k_2l_2$
Кубическая	$\cos \varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$
Тетрагональная	$\cos \varphi = \frac{\frac{h_1h_2}{a^2} + \frac{k_1k_2}{a^2} + \frac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2}} \cdot \sqrt{\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2}}}$
Ромбическая	$\cos \varphi = \frac{\frac{h_1h_2}{a^2} + \frac{k_1k_2}{b^2} + \frac{l_1l_2}{c^2}}{\sqrt{\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}} \cdot \sqrt{\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}}}$
Ромбоэдрическая	$\cos \varphi = \frac{(h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2) \sin^2 \alpha}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right) \sin^2 \alpha + 2\left(\frac{h_1}{a} \frac{k_1}{a} + \frac{h_1}{a} \frac{l_1}{c} + \frac{k_1}{a} \frac{l_1}{c}\right) (\cos^2 \alpha - \cos \alpha)} \times \sqrt{\left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right) \sin^2 \alpha + 2\left(\frac{h_2}{a} \frac{k_2}{a} + \frac{h_2}{a} \frac{l_2}{c} + \frac{k_2}{a} \frac{l_2}{c}\right) (\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}}$
Гексагональная	$\cos \varphi = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + \frac{1}{2}(h_1k_2 + h_2k_1) + \frac{3}{4} \frac{a^2}{c^2} l_1l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_2^2 + h_1k_1 + \frac{3}{4} \frac{a^2}{c^2} l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + h_2k_1 + \frac{3}{4} \frac{a^2}{c^2} l_2^2}}$
Моноклиная	$\cos \varphi = \frac{\frac{h_1h_2}{a^2} + \frac{k_1k_2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l_1l_2}{c^2} - \frac{(l_1h_2 + l_2h_1) \cos \beta}{ac}}{\sqrt{\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_2^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2} - \frac{2h_1l_1 \cos \beta}{ac}} \cdot \sqrt{\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2} - \frac{2h_2l_2 \cos \beta}{ac}}}$
Триклиная	$\cos \varphi = \frac{d_{h_1k_1l_1} \cdot d_{h_2k_2l_2}}{V^2} [s_{11}h_1l_2 + s_{22}h_1k_2 + s_{33}l_1l_2 + s_{23}(k_1l_2 + k_2l_1) + s_{13}(l_1h_2 + l_2h_1) + s_{12}(h_1k_2 + h_2k_1)]$
Примечание. $s_{11} = b^2c^2 \sin^2 \alpha$; $s_{12} = abc^3 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$; $s_{22} = a^2c^3 \sin^2 \beta$; $s_{23} = abc^2 (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$; $s_{33} = a^2b^3 \sin^2 \gamma$; $s_{13} = ab^2c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$.	

ЗАДАЧИ И УПРАЖНЕНИЯ ПО КУРСУ (с решениями)

№1 Какое предельное разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, 400kV если все ошибки за исключением дифракционной равны нулю. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад.

Решение

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E}} = 12,26 / \sqrt{10^5} = 0,039 \text{ \AA}$$

$$\Delta r_D = \frac{0,61}{\alpha} \lambda \quad \lambda = 12,26 / \sqrt{4 \cdot 10^5} = 0,0193 \text{ \AA}$$

$$\lambda = \frac{12,26}{\sqrt{E(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot E)}}$$

$$0,61 \cdot \frac{0,039}{6 \cdot 10^{-3}} = 3,965 \text{ \AA}$$

$$0,61 \cdot \frac{0,019}{6 \cdot 10^{-3}} = 1,932 \text{ \AA}$$

А

№2 Определить длину волны электронов с учетом релятивистских поправок и без них в электронном микроскопе с ускоряющими напряжениями 100kV, 400kV. Какую ошибку вносит отсутствие релятивистских поправок.

Решение

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}};$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE(1 + eE/2mc^2)}}$$

$$\frac{12,26}{\sqrt{100000}} = 0,039$$

$$\frac{12,26}{\sqrt{10^5 \cdot (1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} \cdot 10^5)}} = 0,037$$

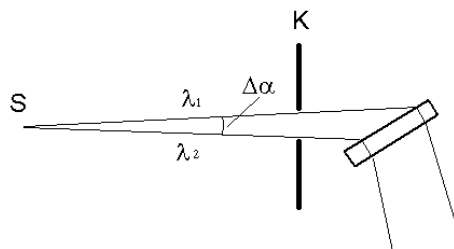
E - в вольтах, λ - в ангстремах

E (kV)	λ (Å)	$\lambda_{\text{релятив}}$ (Å)
E=100kV	$\lambda=0,039 \text{ \AA}$	$\lambda_{\text{релятив}}=0,037 \text{ \AA}$
E=400kV	$\lambda=0,019 \text{ \AA}$	$\lambda_{\text{релятив}}=0,016 \text{ \AA}$
У=600kV	$\lambda=0,016 \text{ \AA}$	$\lambda_{\text{релятив}}=0,0159 \text{ \AA}$

№3 Рассчитать необходимую ширину щели коллиматора для выделения K α 1 линии в методе Ланга. Исследуемый кристалл - кремний, $a=5,4306 \text{ \AA}$; отражение

(220); расстояние от источника до выходной щели коллиматора 450мм; источник - точечный. Длины волн $\lambda_{K\alpha 1}=0,70926\text{\AA}$; $\lambda_{K\alpha 2}=0,71354\text{\AA}$

Решение



$$2d \cdot \sin \theta_1 = \lambda_1$$

$$2d \cdot \sin \theta_2 = \lambda_2$$

$$2d \cos \theta \cdot \delta \theta = \delta \lambda$$

$$\delta \theta = \frac{\delta \lambda}{\lambda} \cdot \operatorname{tg} \theta$$

$$\Delta \alpha \approx \delta \theta = \theta_2 - \theta_1$$

$$\Delta = \Delta \alpha \cdot D$$

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{\sin \theta}{\cos \theta} = \frac{0.711\sqrt{2}}{5.4306\sqrt{1 - (0.711\sqrt{2}/5.4306)^2}} = 0.188$$

$$\Delta = \frac{(0.71354 - 0.70926)}{0.711} \cdot 0.188 \cdot 450 = 0.509 \text{ mm}$$

№4 Определить экстинкционную длину для отражения (220) кремния для излучения $\text{MoK}\alpha 1$ и $\text{CuK}\alpha 1$. Фурье-компонента поляризуемости для этого случая для $\text{MoK}\alpha$ $\chi_{(220)} = (2.04 + i0.017)10^{-6}$. Фурье-компонента поляризуемости для этого случая для $\text{CuK}\alpha$ $\chi_{(220)} = (9.74 + i0.340)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния $a = 5,4306\text{\AA}$, длины волн соответственно равны $\lambda_{\text{MoK}\alpha 1} = 0.70926\text{\AA}$, $\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1.54051\text{\AA}$

Решение

$$\Lambda = \frac{2\pi}{|\Delta \mathbf{K}|} = \frac{\lambda \cos \theta}{c \sqrt{\chi_H \chi_{\bar{H}}}}$$

$$2d \sin \theta = \lambda$$

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d},$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

$$\cos \theta = \sqrt{1 - \sin^2 \theta} =$$

$$= \sqrt{1 - \frac{\lambda^2}{4d^2}} = \sqrt{1 - \frac{\lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2)}{4a^2}}$$

Для $\text{MoK}\alpha$

$$\cos \theta = \sqrt{1 - \frac{0.711^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.902$$

$$\Lambda = 0.711 \frac{0.902}{2.04 \cdot 10^{-6}} = 3.144 \cdot 10^5 \text{\AA} = 3.144 \cdot 10^{-5} \text{ м} = 31,44 \text{ мкм}$$

Для $\text{CuK}\alpha$

$$\cos \theta = \sqrt{1 - \frac{1.54^2 \cdot 8}{4 \cdot 5.4306}} = 0.355$$

$$\Lambda = 1.54 \frac{0.355}{9.74 \cdot 10^{-6}} = 5.615 \cdot 10^3 \text{\AA} = 5.615 \cdot 10^{-7} \text{ м} = 0.5615 \text{ мкм}$$

$$\frac{0.711 \cdot \sqrt{2}}{5.4306} = 0.185$$

$$\frac{0.185}{\sqrt{1 - 0.185^2}} = 0.188$$

$$\frac{0.71354 - 0.70926}{0.7112} = 0.003$$

$$0.188 \cdot 0.003 = 5.64 \cdot 10^{-4}$$

$$5.64 \cdot 10^{-4} \cdot 10 = 0.006$$

$$31.44 \cdot 0.188 = 5.911$$

$$0.564 + 5.911 = 6.475$$

№7 Оценить толщину кристалла кремния при которой соотношение амплитуд нормальной и аномальной волн для симметричного отражения (220) на излучении $\text{MoK}\alpha$ будет составлять 1/10. Фурье-компонента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_{(220)} = (2.04 + i0.017)10^{-6}$. Фурье-компонента поляризуемости кристалла для этого случая $\chi_0 = (3.156 + i0.0162)10^{-6}$. Параметр решетки для кремния составляет, $a = 5,4306 \text{ \AA}$.

Решение

$$\mu_{1,2} = \frac{\mu_0}{\cos \theta} \cdot \left(1 \pm c \frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}} \right)$$

$$\mu_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_{i0}$$

$$I_1 = I_0 \cdot \exp(-\mu_1 t)$$

$$I_2 = I_0 \cdot \exp(-\mu_2 t)$$

$$\ln(I_1 / I_2) = (\mu_2 - \mu_1) \cdot t$$

$$\mu_2 - \mu_1 = \frac{2\pi\chi_{i0}}{\lambda \cos \theta} \cdot \left(1 + c \frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}} - 1 + c \frac{\chi_{ih}}{\chi_{i0}} \right) =$$

$$= \frac{4\pi c}{\lambda \cos \theta} \cdot \chi_{ih}$$

$$\frac{\ln(10) \cdot 0.711 \cdot \sqrt{1 - 0.185^2}}{4 \cdot \pi \cdot 0.017 \cdot 10^{-6}} = 7.531 \cdot 10^6$$

$$\text{в \AA или } 7,531 \times 10^{-4} \text{ м} = 7.531 \times 10^2 \text{ мкм}$$

№8 Какой контраст (экстинкционный или бормановский) будет наблюдаться на топограмме монокристалла кремния толщиной 900 мкм на отражении (220) на излучении а)- $\text{MoK}\alpha 1$ $\chi_{oi} = 0,0162$, б)- $\text{CuK}\alpha 1$ $\chi_{oi} = 0,351$.

Решение

$$\mu_0 = \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \chi_{i0}$$

$$\frac{2\pi(0,0162) \cdot 10^{-6}}{0,711} \cdot 9 \cdot 10^7 = 1,432 \cdot 10^{-7} \cdot 9 \cdot 10^7 = 12,888 MoK_{\alpha}$$

$$\frac{2\pi(0,351) \cdot 10^{-6}}{1,54} \cdot 9 \cdot 10^7 = 1,432 \cdot 10^{-6} \cdot 9 \cdot 10^7 = 128,88 CuK_{\alpha}$$

№9 Рассчитать структурную амплитуду для гранецентрированной кубической решетки. Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.

Решение

$$\text{Базис } \left(000, \frac{1}{2} \frac{1}{2} 0, \frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}, 0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right)$$

$$f_1=f_2=f_3=f_4=f$$

$$F(hkl) = \sum_{j=0}^N f_j \exp 2\pi i(u_j h + v_j k + w_j l)$$

$$F(hkl) = f \left[1 + \exp \pi i(h+k) + \exp \pi i(k+l) + \exp \pi i(l+h) \right] =$$

$$= f \left[1 + \cos \pi(h+k) + \cos \pi(k+l) + \cos \pi(l+h) \right]$$

	четные	
если hkl одновременно		$F=4f$
	нечетные	
если hkl	смешанные	$F=0$

№10 Рассчитать структурную амплитуду для объемцентрированной кубической решетки. Определить закон погасания рефлексов для этой структуры.

Решение

$$\text{Базис } \left(000, \frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right)$$

$$f_1=f_2=f$$

$$F(hkl) = f(1 + \exp \pi i(h+k+l)) =$$

$$= f[1 + \cos \pi(h+k+l)]$$

если $h+k+l$	четное число	$F=2f$
если $h+k+l$	нечетное число	$F=0$

№11 Какое оптимальное разрешение можно получить на электронном микроскопе с ускоряющим напряжением 100kV, если учесть дифракционную ошибку и сферическую абберацию. Угловая апертура объективной линзы $\approx 6 \times 10^{-3}$ рад. Коэффициент сферической абберации $C_s=0,17$ мм.

Решение

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s$$

$$\Delta r_d = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda$$

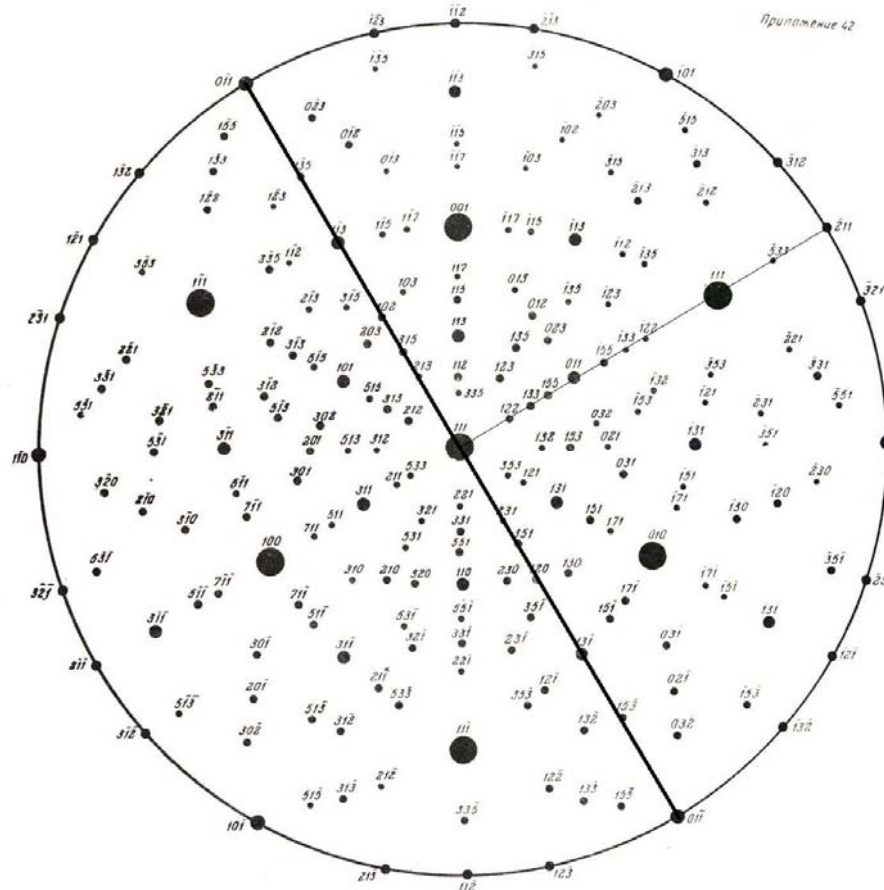
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE(1 + eE/2mc^2)}}$$

$$\Delta r_s = C_s \cdot \alpha^3$$

$$\Delta r = \Delta r_d + \Delta r_s = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \lambda + C_s \cdot \alpha^3 = \frac{0.61}{\alpha} \cdot \frac{h}{\sqrt{2meE(1 + eE/2mc^2)}} + C_s \cdot \alpha^3$$

$$0,61 \frac{0,039}{6 \cdot 10^{-3}} + 1,7 \cdot 10^6 \cdot (2 \cdot 10^{-2})^3 = 3,965 + 13,6 \text{ \AA}$$

12. На рентгеновской топограмме кристалла с поверхностью (111), полученной по методу Ланга, наблюдаются прямолинейные дислокации. Они лежат в плоскости ($\bar{1}11$) вдоль направления $[0\bar{1}1]$. Изображение гаснет при отражении от системы плоскостей ($\bar{4}22$). Определить тип этих дислокаций.



$$(\mathbf{g}\mathbf{b}) = g_x b_x + g_y b_y + g_z b_z = 0$$

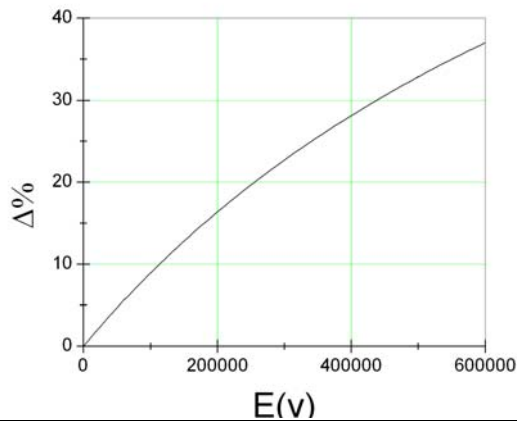
$$\mathbf{g} \rightarrow g_x = \bar{4}; g_y = 2; g_z = 2$$

$$\mathbf{b} \rightarrow b_x = 0; b_y = \bar{1}; b_z = 1$$

13. Определить величину ускоряющего напряжения, начиная с которого разница длин волн с учетом и без учета релятивистской поправки будет составлять 15 процентов.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meE}} \quad \lambda_{rel} = \frac{h}{\sqrt{2meE\left(1 + \frac{eE}{2mc^2}\right)}} \quad \lambda_{rel} = \frac{12,26}{\sqrt{E\left(1 + 0,9788 \cdot 10^{-6} E\right)}}$$

$$\Delta = \frac{\lambda - \lambda_{rel}}{\lambda} \cdot 100 = \left(1 - \frac{1}{1 + 0,978 \cdot 10^{-6} \cdot E}\right) \cdot 100$$



14. На щель шириной a падает плоская волна. Рассчитать распределение излучения за этой щелью. (Дифракция на узкой щели).

Решение

$$f(x) = \begin{cases} 0 & |x| < a/2 \\ 1 & |x| \geq a/2 \end{cases} \quad F(u) = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x) \cdot e^{2\pi i u x} dx = \int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi i u x} dx = \frac{\sin(\pi a u)}{\pi u}$$

Вспомогая, что $\int e^{ax} dx = \frac{1}{a} e^{ax}$ и обозначая $a = 2\pi i u$ можно записать

$$\begin{aligned} \int_{-a/2}^{+a/2} e^{2\pi i u x} dx &= \frac{1}{2\pi i u} \cdot \left[e^{2\pi i u \frac{a}{2}} - e^{-2\pi i u \frac{a}{2}} \right] = \\ &= \frac{1}{2\pi i u} \cdot [\cos(\pi u a) + i \sin(\pi u a) - \cos(\pi u a) + i \sin(\pi u a)] = \\ &= \frac{1}{2\pi i u} \cdot [2i \sin(\pi u a)] = \frac{\sin(\pi u a)}{(\pi u)} \end{aligned}$$

$$f(x) = \begin{cases} 0 & |x| < a/2 \\ 1 & |x| \geq a/2 \end{cases} \quad f(x) = \sigma(x - a/2) - \sigma(x + a/2)$$

$$g(x) = \frac{d}{dx} f(x) = \delta(x - a/2) - \delta(x + a/2)$$

$$G(u) = e^{-2\pi i \frac{a}{2} u} - e^{2\pi i \frac{a}{2} u} = -2i \sin(2\pi u a)$$

$$G(u) = \mathbb{F} \left\{ \frac{d}{dx} f(x) \right\} = -2\pi i u \cdot F(u) \quad F(u) = \frac{2i \sin(\pi a u)}{2\pi i u} = \frac{\sin(\pi a u)}{\pi u}$$

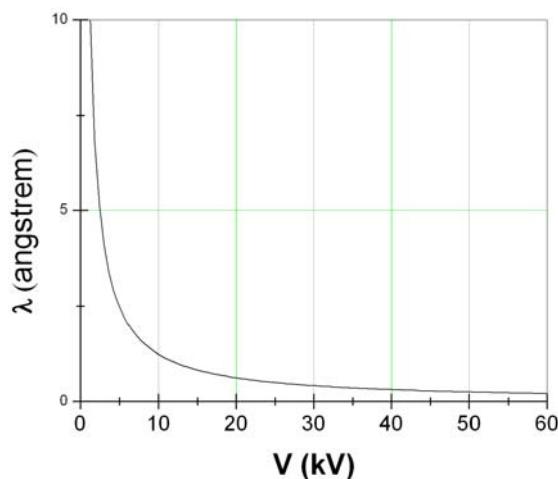
15. Определить коротковолновую границу тормозного спектра рентгеновского излучения для ускоряющего напряжения 20kV, 40kV, 60kV.

Решение

$$h\nu_{\max} = \frac{hc}{\lambda_{\min}} = eV \quad \lambda_{\min} = \frac{12394}{V} \quad V \text{ (в вольтах)}$$

λ (в ангстремах)

V=20000v	$\lambda=0,620\text{\AA}$
V=40000v	$\lambda=0,309\text{\AA}$
V=60000	$\lambda=0,206\text{\AA}$



16. Рассчитать структурную амплитуду, структурный фактор и определить законы погасаний для решетки алмаза. Координаты базиса $[[000, 1/4, 1/4, 1/4]]$.

Решение

$$F(hkl) = f \left[1 + \exp\left(\frac{i\pi(h+k+l)}{2}\right) \right] \cdot [1 + \exp(i\pi(h+k)) + \exp(i\pi(h+l)) + \exp(i\pi(k+l))]$$

т.е.

$$F(hkl) = fF_1F_2$$

Если hkl – числа разной четности, то $F_2=0$. Если hkl – числа одинаковой четности, то $F_2=4$. Тогда для $h+k+l=4n$ $|F|^2 = 64f^2$; для $h+k+l=2n+1$ $|F|^2 = 32f^2$; для $h+k+l=4n+2$ $|F|^2 = 0$; Погасания наблюдаются для hkl разной четности и при $h+k+l=4n+2$.

17. При съемке на дифрактометре в медном излучении в качестве селективного фильтра используется никель. Определить, насколько уменьшится интенсивность K_α и K_β - излучений. Толщина фильтра 0,0021 см, $\rho_{Ni}=8,9 \cdot 10^3$ кг/м³.

Решение

В области длин волн $\lambda=1,5 \text{ \AA}$ в никеле наблюдается резкий скачок коэффициента поглощения. В связи с этим $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\alpha} = 45,9$ и $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{CuK_\beta} = 275$. Используя значение ρ_{Ni} определяем μ для CuK_α и CuK_β излучений. Из закона поглощения $I = I_0 e^{-\mu d}$ найдем $\frac{I}{I_0} = e^{-\mu d}$. Подставив значения μ и d получим $\left(\frac{I}{I_0}\right)_{CuK_\alpha} = 0,42$; $\left(\frac{I}{I_0}\right)_{CuK_\beta} = 0,0058$.

18. Длина волны К-серии меди $\lambda_{K\alpha}=1,540 \text{ \AA}$. Определить длину волны К-серии молибдена, если $Z_{Cu}=29$, $Z_{Mo}=42$.

Решение

Запишем закон Мозли $\sqrt{\nu} = c(z - \sigma)$ или в виде $\lambda = \frac{B}{(z - \sigma)^2}$ здесь С, В и σ константы, причем $\sigma \approx 1$. Тогда приближенно можно записать $\frac{\lambda_{MoK\alpha}}{\lambda_{CuK\alpha}} \approx \frac{(z_{CuK\alpha} - 1)}{(z_{MoK\alpha} - 1)}$ или $\lambda_{MoK\alpha} \approx \lambda_{CuK\alpha} \cdot \frac{(z_{CuK\alpha} - 1)}{(z_{MoK\alpha} - 1)}$

19. Определить число атомов в элементарной ячейке железа кристаллизующегося в кубической системе; ребро куба, $a=2,87 \text{ \AA}$, атомный вес железа 55,84; плотность $\rho=7,8$

Решение

Применяя формулу плотности к элементарной ячейке находим

$$N = \frac{\rho \cdot a^3}{A \cdot m_H} = \frac{7,8 \cdot (2,87)^3 \cdot 10^{-24}}{55,84 \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}} \approx 2 \text{ т.е. на элементарную ячейку приходится 2}$$

атома.

A – атомный вес

m_H – масса атома водорода

20. Показать, что вектор обратной решетки H_{hkl} перпендикулярен плоскости прямой решетки с индексами (hkl).

Решение (см. приложение 1).

21. Показать, что модуль вектора обратной решетки равен обратной величине межплоскостного расстояния для плоскостей с индексами (hkl) т.е. $|\mathbf{H}| = \frac{1}{d}$.

Решение (см. приложение 1).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Основные положения кинематического приближения теории рассеяния. Интерференционная функция Лауэ и ее физический смысл.
2. Обратная решетка. Основные свойства обратной решетки. Связь прямой и обратной решеток.
3. Геометрическая интерпретация условий дифракции. Сфера Эвальда. Сфера ограничения.
4. Сложная решетка с базисом. Структурная амплитуда и структурный фактор.
5. Рассеяние в неупорядоченных системах, какую информацию о системе можно получить, анализируя такие спектры. Функция распределения межатомных расстояний.
6. Рассеяние рентгеновских лучей на свободных электронах. Поляризационный множитель. Доля рентгеновского излучения, рассеиваемая в пространство одним электроном.
- 7 Атомный фактор рассеяния. Особенности рассеяния электронов и нейтронов. Какую информацию можно получать используя различные типы излучений.
8. Влияние температуры на интенсивность рассеяния. Фактор Дебая-Валлера.
9. Основные положения динамического приближения теории рассеяния. Волновое поле в идеальном кристалле. Дисперсионное соотношение.
10. Двухволновое приближение в совершенном кристалле. Дисперсионная поверхность. Важнейшие следствия динамической теории рассеяния.

11. Волнового поля в кристалле с искажениями. Уравнение Такаги-Топена. Моделирование на ЭВМ дифракционного изображения дефектов.
12. Основные понятия интегральных методов исследования реальной структуры кристаллов. Исследования диффузного рассеяния. Информация, получаемая из анализа диффузного рассеяния. Метод интегральных характеристик.
13. Двухкристальный спектрометр. Схемы спектрометров n-n и n+p. В чем состоит их принципиальное различие.
14. Рентгеновская дифракционная микроскопия. Основные методы рентгеновской топографии. Метод Ланга. Основные характеристики методов. Разрешение.
15. Классификация типов контраста. Примеры применения топографических методов.
16. Рентгеновская дифракционная микроскопия. Чувствительность к искажениям, разрешение. «Комбинированное искажение» и его физический смысл. Простейшие методы анализа изображения (метод погасания контраста $\mathbf{gb}=0$). Примеры применения топографических методов.
17. Основные характеристики оптических систем (разрешение, увеличение, глубина резкости, абберрации). Типы контраста (амплитудный и фазовый контраст).
18. Формирование изображения в оптической системе- подход Аббе. Микроскоп как дифракционный прибор. Передаточная функция. Учет искажений при передаче изображения.
19. Физические основы метода фазового микроскопа. Что такое четвертьволновая пластинка и для чего она используется. Фазово-темнопольный микроскоп.
20. “Тонкий” фазовый объект в электронной микроскопии. Анализ аббераций в электронном микроскопе. Анализ передаточной функции электронного микроскопа.

21. Оптимизация передаточной функции электронного микроскопа для получения наилучшего разрешения. Дефокусировка. Метод Шерцера.
22. Основные закономерности взаимодействия электронов зонда с веществом. Упругие и неупругие взаимодействия. Потери энергии электронов. Область взаимодействия электронов зонда с веществом мишени.
23. Устройство и принцип работы РЭМ. Формирование электронного зонда, кроссовер, конденсор. Детекторы сигналов в РЭМ. Детектор Эверхарта-Торнли.
24. Рентгеновский спектр, непрерывная и характеристическая компоненты спектра. Физический смысл коротковолновой границы спектра (Граница Дуана-Ханта). Закон Мозли.
25. Рентгеновский спектр. Методы регистрации рентгеновского спектра. Рентгеновские кристалл-дифракционные спектрометры для микроанализа. Методы фокусировки рентгеновского пучка.
26. Рентгеновский микроанализ. Методы регистрации рентгеновского спектра. Основные поправки, вводимые в количественном анализе.
27. Формирование контраста в РЭМ. Основные механизмы образования изображения в РЭМ. Методы обработки видеосигнала в РЭМ.
28. Принципы электронно-зондового микроанализа. Закон Мозли. Методы анализа рентгеновского спектра (спектрометры). Два типа рентгеновских микроанализаторов.
29. Факторы влияющие на точность рентгеновского микроанализа атомного состава материалов. Поправки вводимые при анализе. Метод эталонов.
30. Метод оптического дифрактометра для экспериментального исследования передаточной функции. Примеры использования методов электронной микроскопии высокого разрешения.