

[В начало](#) ► [Курсы](#) ► [Обеспечение единства измерений, стандартизации и о...](#) ► [Приборы и методы измерения химического состава и с...](#)
► [Глава 7. Спектроскопия характеристических потерь э...](#) ► [Лекция 13. Спектроскопия характеристических потерь...](#)

Навигация



[В начало](#)

[Страницы сайта](#)

[Курсы](#)

[Наноинженерия](#)

[Функциональные
наноматериалы и
высокочистые
вещества](#)

[Функциональные
наноматериалы для
энергетики](#)

[Функциональные
наноматериалы для
космической техники](#)

[Нанобиотехнологии](#)

[Конструкционные
наноматериалы](#)

[Композитные
наноматериалы](#)

[Нанотехнологии для
систем безопасности](#)

[Обеспечение
единства измерений,
стандартизации и о...](#)

[Программное
обеспечение
средств
измерений:
разрабо...](#)

[Международная и
национальная
системы
стандартов в ...](#)

[Приборы и методы
измерения
химического
состава и с...](#)

■ [Участники](#)

[Общее](#)

[Глава 1.](#)

[Введение](#)

[Глава 2.](#)

[Рентгеновский
микроанализ](#)

[Глава 3.](#)

[Рентгеновская
фотоэлектронная
спектроскопия](#)

[Глава 4. Оже-
электронная
спектроскопия](#)

[Глава 5.](#)

[Спектроскопия
рассеяния
медленных
ионов](#)

[Глава 6.](#)

[Вторично-ионная
масс-
спектроскопия](#)

[Глава 7.](#)

[Спектроскопия
характеристически](#)

Лекция 13. Спектроскопия характеристических потерь энергии электронами

Ранее при изучении оже-спектроскопии мы убедились в том, насколько информативным может быть сигнал электронов из части спектра, которую не относят ни к упруго, ни к неупругоотраженным. В этой же главе мы вкратце расскажем о еще одном перспективном методе исследования химического состава вещества – анализе энергетических потерь электронов. В данном методе изучаемой величиной являются потери энергии электронов, прошедших сквозь тонкую пленку или мембрану. Из самой постановки эксперимента ясно, что системы анализа энергетических потерь удобно совмещать с просвечивающими электронными микроскопами.

В обычном просвечивающем электронном микроскопе область исследования выбирают либо с помощью диафрагмы, помещенной в плоскости первого изображения, либо с помощью фокусировки пучка на определенную область образца конденсорными линзами. Также удобно использовать сканирующий просвечивающий электронный микроскоп, преимуществом которого является меньший диаметр пучка. Изображение в этом микроскопе формируется в виде раstra, направляя пучок на определенную область.

Изначально метод ХПЭЭ развивался как альтернатива рентгеновскому микроанализу при изучении тонких пленок. Это было связано с низкой эффективностью регистрации рентгеновского излучения (от 1 до 0,1 % для различных типов спектрометров) и малой областью генерации рентгена в пленках. Более того, возможность исследования легких элементов методами РМА была затруднительно, т.к. преобладающим механизмом релаксации для подобных атомов является оже-процесс.

Сейчас ХПЭЭ – метод является самостоятельным методом исследования, и в спектрах потерь заложена информация не только об элементном составе. Энергетические потери пучка электронов обусловлены четырьмя процессами, хотя лишь 2 из них могут быть разрешены с помощью стандартного электромагнитного спектрометра:

- Возбуждение фононов, приводящее к малым потерям энергии (менее кТ). Пик фононных потерь находится в пределах нулевого максимума спектра потерь (то есть электроны, возбуждившие фонон, неотличимы от электронов, просто испытавших упругое рассеяние);
- Электронные переходы (либо внутри одной электронной оболочки, либо между оболочками) – величина потерь для такого процесса

составляет 1-50 эВ, анализ этой части спектра можно использовать для исследования диэлектрических свойств материала;

- Возбуждение плазмонов – данный процесс соответствует пикам потерь в области 5-50 эВ. Если длина свободного пробега плазмонов известна, то интенсивность соответствующих пиков можно использовать для определения толщины образца (интенсивность плазмонных пиков пропорциональна толщине, что используется для проверки результатов анализа образцов переменной толщины);

Ионизация атомов – влияние процессов ионизации приводит к появлению резко несимметричных максимумов в спектрах потерь, называемых краями поглощения. Анализ положения краев поглощения здесь, как и РФЭС, является основой для определения химического состава.

7.1. Пределы обнаружения и разрешающая способность метода

В настоящее время с помощью магнитных спектрометров можно разрешать спектр неупруго рассеянных электронов с точностью порядка 1 эВ, что на два порядка лучше точности определения энергий пиков в лучших рентгеновских энергоанализаторах. Если эксперимент проводится в просвечивающей конфигурации, то обычно анализируется первичный прошедший электронный пучок, а дифракционные рефлексy останавливаются диафрагмой. При прохождении электронного пучка через тонкую пленку вероятность упругого рассеяния гораздо выше вероятности неупругого – именно поэтому анализируется центральный дифракционный максимум. Пример спектра неупругого рассеяния электронов приведен на Рис. 7.1.

Нулевой максимум потерь используется для привязки спектра к началу координат и оценки разрешения спектрометра. Относительная интенсивность первого плазмонного пика по сравнению с нулевым максимумом позволяет оценить пригодность тонкой пленки для получения спектра. Если интенсивность плазмонного пика не превышает одной десятой части нулевого максимума, то образец достаточно тонкий и пригоден для работы. В более тонких образцах вероятность неупругого рассеяния очень мала, в более толстых пленках многократное рассеяние электронов приводит к сглаживанию краев, что снижает надежность результатов. Поэтому существует оптимальная толщина образца, при которой данные являются статистически достоверными, а вероятность многократного рассеяния невелика.

Минимально обнаружимый сигнал в методе ХПЭЭ соответствует сигналу от 10^3 - 10^4 атомов и зависит от атомного номера элемента – тяжелые элементы данным методом детектировать труднее, чем легкие.



Рис.7.1. Пример спектра неупругого рассеяния электронов.

Рассмотрим теперь, как проводится идентификация химического состава образца. Как уже было сказано, начало отсчета энергий связывают с главным максимумом нулевых потерь (упругое отражение), а ширину этого максимума считают равной энергетическому разрешению магнитного спектрометра. К-край поглощения углерода обычно используют для калибровки по энергии – углерод всегда присутствует на поверхности образца из-за ее загрязнения. Положение края определяют как точку максимального наклона линии слева от пика поглощения.

Справа от края поглощения энергетический спектр обычно аппроксимируется спадающей экспонентой, и при определении координат и интенсивностей, соответствующих прочим возбуждениям, эта фоновая экспонента вычитается (как на Рис. 7.2). Наличие электронов с потерями энергий, большими энергии ионизации атома, связано с возможными дополнительными потерями (на излучение фононов, плазмонов), вероятность этих процессов, однако, экспоненциально спадает с ростом энергии. После определения положения и интенсивности следующего максимума снова проводится вычитание нового фона.

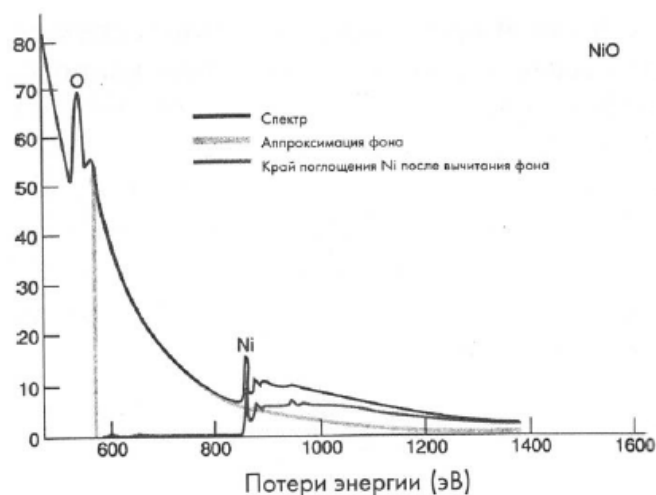


Рис.7.2. Вычитание кривой фонового поглощения для определения содержания никеля в оксиде никеля

Простейшим способом определения относительных концентраций элементов состоит в определении интенсивностей для каждого края поглощения. Относительная концентрация элемента А выражается через интенсивности краев I_i и сечения ионизации σ_i простой формулой:

$$C_A = \frac{I_A/\sigma_A}{\sum_i I_i/\sigma_i}. \quad (7.1)$$

Конечно, применение этой формулы требует знания всех сечений рассеяния.

Повышение разрешения электронных спектрометров выявило тонкую структуру края поглощения, отражающую природу химической связи и координационное число. Изменение типа химической связи приводит к сдвигу края поглощения, а расщепление пика связано с уменьшением координационной симметрии. В окиси алюминия катионный беспорядок в переходных структурах (имеющих более высокую симметрию) приводит к появлению нескольких широких сравнительно простых максимумов, в то время как спектр устойчивого, но менее симметричного корунда имеет несколько острых пиков (Рис.7.3).

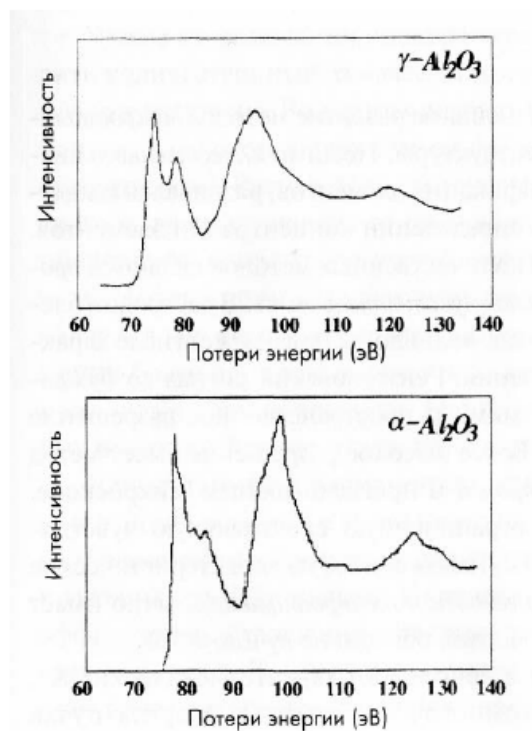


Рис.7.3. Тонкая структура края поглощения в метастабильной окиси алюминия (сверху) и стабильном корунде (снизу)

Таким образом, увеличение разрешения электронных спектрометров открывает новые возможности для изучения свойств вещества.

Последнее изменение: Tuesday 10 January 2012, 12:21

Вы используете гостевой доступ ([Вход](#))

Приборы и методы измерения химического состава и структуры нанобъектов