

А. И. Власов, К. А. Елсуков, И. А. Косолапов

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Учебно-методический комплекс
по тематическому направлению деятельности
ННС «Наноинженерия»

Под редакцией заслуженного деятеля науки РФ,
члена-корреспондента РАН, профессора
В. А. Шахнова

*Допущено учебно-методическим объединением вузов
по университетскому политехническому образованию
в качестве учебного пособия для студентов
высших учебных заведений, обучающихся
по направлению 152200 «Наноинженерия»*



Москва 2011

УДК 361.3.06; 621.382
ББК 32.85
В58

УМК подготовлен в соответствии с заданием государственного контракта № 16.647.12.2008 на выполнение работ в рамках направления 2 федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры nanoиндустрии в Российской Федерации на 2008–2011 годы»

Рецензенты:

кафедра «Вакуумная электроника» Московского физико-технического института (зав. кафедрой, академик РАН *А. С. Бугаев*);
кафедра «Электроника и информатика» Российского государственного технологического университета им. К. Э. Циолковского (зав. кафедрой, профессор *С. Б. Беневоленский*)

Власов А. И.

В58 Электронная микроскопия : учеб. пособие / А. И. Власов, К. А. Елсуков, И. А. Косолапов. – М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. – 168 с. : ил. (Библиотека «Наноинженерия» : в 17 кн. Кн. 11).

ISBN 978-5-7038-3502-9 (кн. 11)

ISBN 978-5-7038-3509-8

Методические материалы по дисциплине «Электронная микроскопия» содержат нормативную базу дисциплины, рекомендации по организации и проведению лекций, практических занятий, семинаров, лабораторных работ и деловых игр, перечень учебных видео- и аудиоматериалов, слайдов, типовых плакатов и другие дидактические материалы для работы профессорско-преподавательского состава по данной дисциплине.

Для студентов, аспирантов и преподавателей высших технических учебных заведений по направлению подготовки «Нанотехнология» с профилем подготовки «Наноинженерия». Будут полезны всем, занимающимся вопросами нанотехнологий, наноинженерии, проектированием МЭМС и НЭМС, созданием электронных систем различного назначения.

УДК 361.3.06; 621.382
ББК 32.85

ISBN 978-5-7038-3502-9 (кн. 11)
ISBN 978-5-7038-3509-8

© Власов А. И., Елсуков К. А.,
Косолапов И. А., 2011
© Министерство образования
и науки РФ, 2011
© Оформление. Издательство МГТУ
им. Н. Э. Баумана, 2011

ПРЕДИСЛОВИЕ

Успех в продвижении России по нанотехнологическому пути развития во многом будет зависеть от эффективности системы подготовки кадров, для создания и развития которой необходимо современное и качественное учебно-методическое обеспечение.

Основная особенность нанотехнологии – ее междисциплинарный характер, который требует особых методических приемов и подбора соответствующего научного и учебного материала. В настоящее время имеется существенная нехватка учебно-методического обеспечения такого характера. Поэтому адаптация учебно-методического обеспечения для подготовки кадров по программам высшего профессионального образования для тематических направлений ННС и его апробация на базе ведущих университетов Российской Федерации направлены на реализацию инновационной модели образования, подразумевающую тесную связь учебного и научно-исследовательского процесса на базе проектных методов обучения, современных экспериментальных методик и перспективных технологических процессов создания наноматериалов, наноструктур, приборов, устройств и систем на их основе. Современные образовательные программы должны обеспечивать приобретение студентами профессиональных навыков и компетенций, необходимых для эффективной и самостоятельной работы в nanoиндустрии.

В связи с этим актуальной задачей является разработка и издание УМК, которые обеспечат учебно-методическую поддержку подготовки бакалавров и магистров по основным образовательным программам высшего профессионального образования по тематическому направлению деятельности ННС «Наноинженерия» образовательными учреждениями высшего профессионального образования на территории Российской Федерации.

Целью создания данного комплекта УМК является повышение эффективности междисциплинарной подготовки бакалавров и магистров путем распространения передового опыта в разработке

УМО среди вузов, осуществляющих подготовку по тематическим направлениям ННС, и внедрения компонентов вариативного маршрутного обучения на базе адаптированного учебно-методического комплекса дисциплин по тематическому направлению деятельности ННС «Наноинженерия».

УМК разработаны коллективом авторов в рамках реализации федеральной целевой программы «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008–2011 годы».

На базе представленных УМК создана вариативная система маршрутного междисциплинарного обучения студентов по тематическому направлению деятельности ННС «Наноинженерия», обеспечивающая подготовку квалифицированных специалистов с соответствующими профилями. Разработаны электронные версии учебно-методических комплексов дисциплин на основе Web-версии, соответствующей стандарту SCORM 2004, 3rd edition (<http://nanolab.iu4.bmstu.ru>).

Глубокую благодарность авторы выражают рецензентам: А. С. Бугаеву – академику РАН, заведующему кафедрой Московского физико-технического института, и С. Б. Беневоленскому – профессору, заведующему кафедрой Российского государственного технологического университета им. К. Э. Циолковского, чьи замечания способствовали улучшению содержания УМК.

Разработанные 17 УМК обеспечат учебно-методическую поддержку подготовки бакалавров и магистров по основным образовательным программам высшего профессионального образования по направлению подготовки «Нанотехнология» с профилем подготовки «Наноинженерия» образовательными учреждениями высшего профессионального образования на территории Российской Федерации.

Авторы будут признательны читателям за все замечания по содержанию УМК, которые следует направлять по адресу: 105005, Москва, 2-я Бауманская ул., МГТУ им. Н. Э. Баумана.

В. А. Шахнов

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ

АСМ	– атомно-силовая микроскопия
ГЦК	– гранецентрированный кристалл
ДНК	– дизоксирибонуклеиновая кислота
ИС	– интегральная схема
КНИ	– кремний-на-изоляторе
МЛЭ	– молекулярно-лучевая эпитаксия
МПВ	– метод постоянной высоты
МПТ	– метод постоянного тока
МСМ	– магнитно-силовая микроскопия
МЭМС	– микроэлектромеханическая система
НПМ	– нанопористый материал
НРС	– наноразмерная структура
НЭМС	– наноэлектромеханическая система
ОЦК	– объемноцентрированный кристалл
ПЭМ	– просвечивающая электронная микроскопия
РСМА	– рентгеноспектральный микроанализ
РЭМ	– растровая электронная микроскопия
СБИС	– сверхбольшие интегральные схемы
СБОМ	– сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия
СВД	– спектрометр волновой дисперсии
СВЧ	– сверхвысокие частоты
СЗМ	– сканирующая зондовая микроскопия
СТМ	– сканирующая туннельная микроскопия
СЭМ	– сканирующая электронная микроскопия
УФ	– ультрафиолет
ЧЭ	– чувствительный элемент
ЭСМ	– электростатическая силовая микроскопия

ВВЕДЕНИЕ

Дисциплина «Электронная микроскопия» охватывает основные вопросы по проведению измерений различными методами и методиками, анализа результатов измерений, а также выработки выводов по наиболее эффективному и адекватному их применению при работе на различных типах электронных микроскопов.

Методологически дисциплина «Электронная микроскопия» строится на основе оптимального соотношения теоретических и прикладных вопросов с обязательным участием студентов в самостоятельном изучении особенностей процессов исследования нанообъектов и наносистем. Программа дисциплины направлена на решение задач, которые ставятся перед специалистами в современных условиях разработки и производства наносистем, требующих широких знаний как в области проектирования и технологии производства ЭС, так и в методах их сертификации и измерений. Лабораторные работы, включенные в состав дисциплины «Электронная микроскопия», спланированы таким образом, чтобы студенты могли осознать, закрепить и расширить знания, полученные на предшествующих им лекциях, а также смогли сами провести измерения наносистем самыми распространенными методами.

Учитывая большое разнообразие измерительных методов, методологий и приборов для проведения измерений, в состав курса «Электронная микроскопия» включены лабораторные работы по основным методам измерений на РЭМ. Лабораторные работы ориентируют студентов на решение типовых задач исследования и анализа нанообъектов, возникающих при производстве элементной базы электронной аппаратуры, выбор соответствующих поставленной задаче методов и методик проведения измерений, обладающих максимальной эффективностью. Темы лабораторных работ и их содержание связаны с формированием и развитием у будущих специалистов практических навыков измерения, анализа результатов измерений и формулирования выводов по наиболее эффективному применению методов и средств микроскопии.

В составе дисциплины «Электронная микроскопия» предусмотрены теоретические разделы, по которым имеются доступные учебно-методические материалы и учебная литература, изучаемые студентами самостоятельно под контролем преподавателя. Содержание соответствующих тем разделов направлено на усиление роли фундаментальных знаний в теоретической и профессиональной подготовке студента и способствует формированию фундаментальных системных знаний и развитию творческих способностей.

1. КОНСПЕКТ ЛЕКЦИЙ

Основная цель дисциплины: освоение базовых методик проведения научного эксперимента средствами электронной микроскопии.

Задачи дисциплины: формирование теоретических и практических навыков работы с методами и средствами электронной микроскопии.

1.1. НАНОРАЗМЕРНЫЕ СТРУКТУРЫ: КЛАССИФИКАЦИЯ, ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ

1.1.1. ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ О НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУРАХ

Основные методы микроскопии изложены в [19, 39, 73]. На сегодняшний момент можно с уверенностью сказать, что изучение *наноразмерных структур* (далее – наноструктур) относится к направлению «нанотехнологии». Важными составляющими этого научно-технического направления является разработка и изучение *наноструктурных материалов* (далее – наноматериалов), *наноразмерных объектов* (далее – нанообъектов), способов их совмещения, а также исследование свойств полученных наноструктур в различных условиях.

Под наноматериалами (нанокристаллическими, нанокомпозитными, нанофазными, нановолокнистыми, нанопористыми и т. д. [2, 6, 10, 13]) принято понимать материалы, основные структурные элементы (кристаллиты, волокна, слои, поры) которых не превышают так называемой *нанотехнологической границы* – 100 нм

(1 нм = 10^{-9} м), по крайней мере в одном направлении¹. Ряд исследователей высказывает мнение, что верхний предел (максимальный размер элементов) для наноструктур должен быть связан с неким критическим характерным параметром: длиной свободного пробега носителей в явлениях переноса, размерами доменов/доменных стенок, диаметром петли Франка–Рида для скольжения дислокаций, длиной волны де Бройля и т. п. В задачу исследований входит установление многообразных связей между свойствами и структурой материалов с выявлением оптимальных наноструктур, что осуществляется в тесной связи с технологией изготовления и последующей эксплуатацией наноструктурных материалов.

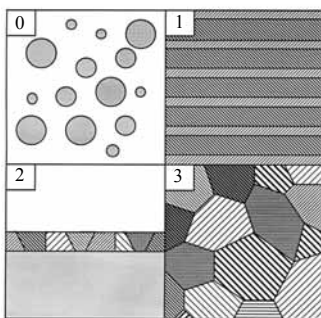


Рис. 1.1. Наноструктуры различной размерности

Общепринятым подходом к определению нанообъектов является положение о том, что к ним относятся такие объекты, размеры которых хотя бы в одном из пространственных направлений составляют примерно 0,1–100 нм [6] – это так называемые малоразмерные объекты. Стоит отметить, что объекты, имеющие малые (менее 100 нм) размеры могут быть разделены на *нульмерные*/квазинульмерные (квантовые точки, сфероидные наночастицы), *одномерные*/квазиодномерные (квантовые проводники, нанотрубки), *двухмерные*/квазидвухмерные (тонкие пленки, поверхности разделов) и *трехмерные*/квазитрехмерные (многослойные структуры с наноразмерными дислокациями, сверхрешетки, нанокластеры) по количеству направлений, в которых линейные размеры $L \gg 100$ нм. Также особое место занимают структуры

¹ Здесь не рассматриваются традиционные материалы (например, дисперсно-упрочненные или обычно деформируемые), в структуре которых мелкие элементы занимают незначительный (не более 10%) объем.

с дробной размерностью D (фракталы) $1 < D < 2$ или $2 < D < 3$ (гетероструктуры, квазирешетки из квантовых точек и квантовых ям) [6]. Соответствующий подход применим и к наноструктурам, только в случае наноструктур речь идет о структурных элементах (рис. 1.1). Размерные характеристики некоторых современных систем даны в табл. 1.1 [1, 73].

Таблица 1.1

Пространственные масштабы современных систем

Объект	Параметр объекта	Величина параметра	Дополнения и комментарии
1	2	3	4
Макро: > 1 мм		(мм)	
Чипы, интегральные микросхемы	Характерный размер	0,1–1	Интеграция макро-, микро- и нанотехнологий электроники
Сердце взрослого человека	Характерный размер	100	Интеграция макро-, микро- и нанотехнологий миокарда
Мобильные компьютеры, мобильные телефоны и т. д.	Характерный размер	100	Интеграция макро-, микро- и нанотехнологий электроники
Микро: $1-10^3$ мкм		(мкм)	
Топологические элементы интегральных схем	Характерный размер	0,1–1,0	Технологии
Клетки крови	Характерный размер	7	Внутрисосудистые нано- и микророботы
Клетки сердца	Характерный размер	50	Визуализация трансмембранного потенциала на клеточном уровне
Микромеханический акселерометр	Характерный размер	500	Интеграция микро-механических и наномеханических технологий электроники
Нано: $1-10^3$ нм		(нм)	
Атомы	Диаметр атомов: Si Ge	0,236 0,246	Разрешение просвечивающей электронной микроскопии < 0,2 нм
Кристаллическая решетка	Постоянные решетки: Si GaAs Ge	0,543 0,565 0,566	Электронная микроскопия полупроводниковых гетероструктур

Продолжение табл. 1.1

1	2	3	4
Фуллерен	Размер	0,714	Электронная микроскопия углеродных материалов
Нуклеотиды	Размеры: цитозин фосфат (наим. аминокислота ДНК)	0,81	
	гуанин фосфат (наим. аминокислота ДНК)	0,86	
Сканирующий туннельный микроскоп	Расстояние между зондом и поверхностью материала	~1	
Углеродные нанотрубки однослойные	Диаметр	1–5	Элементы нанoeлектроники
Зондовая нанолитография	Ширина линии	5–15	Элементы нанoeлектроники
Пористые полупроводники	Размеры нанокристаллов	10–100	Нелинейные оптические преобразователи
Квантовые точки	Размеры	1–10	Элементы нанoeлектроники
Квантовые проволоки	Сечение	$< 10 \times 10$	Элементы нанoeлектроники
Квантовые ямы	Размеры	10–100	Элементы нанoeлектроники
Фотонные кристаллы	Период изменения показателя преломления	100–500	Элементы интегральных оптических волноводов
Одномерные волноводные структуры с фотонными запрещенными зонами (брэгговские решетки)	Период изменения показателя преломления	100–500	Волоконно-оптические сенсоры, компоненты волоконно-оптических линий связи со спектральным уплотнением, оптические линии задержки
Периодические доменные структуры в сегнетоэлектрических кристаллах	Период изменения спонтанной поляризации	500–3000	Нелинейно-оптические устройства преобразования частоты света
Переход Джозефсона	Ширина барьера: высокотемпературные сверхпроводники, низкотемпературные сверхпроводники	~1	Элементы нанoeлектроники
		30–70	

Окончание табл. 1.1

1	2	3	4
Сверхпроводники	Длина когерентности куперовских пар электронов: высокотемпературные сверхпроводники, низкотемпературные сверхпроводники	0,1–1,5 3–800	
Сверхпроводниковый элемент	Толщина активной области на монокристаллической подложке	100	Элементы нанoeлектроники
Датчики наноперемещений	Чувствительность	5–100	Элементы наномеханики
Клеточная мембрана	Толщина	7	Трансмембранный потенциал

Изучение наноструктур и наноматериалов, как направление нанотехнологических и наноаучных изысканий, базируется на нескольких фундаментальных и прикладных науках, а также на исследовательских методиках, видение иерархии которых дано на рис. 1.2. Основой являются такие фундаментальные науки, как физика, химия и биология, на стыке которых находятся несколько интегративных направлений: квантовая теория (описывающая способы поведения и взаимодействия элементов наноструктур в нанометровом диапазоне), физическое материаловедение (точнее, его часть, изучающая свойства наноматериалов), физика и химия вероятности (поскольку законы поведения материи приобретают не детерминированный, а вероятностный характер), химический синтез, биохимия и молекулярная биология (описывающие наноструктуры биологического происхождения и химические процессы синтеза наноструктур и протекающие в самих наноструктурах). Современная методология экспериментальных исследований предполагает также наличие моделей (в идеале адекватных компьютерным) исследуемых структур, а также методов получения информации о свойствах и структуре моделируемых объектов.

В рамках конспекта лекций приведено лишь описание отдельных представителей классов и не отражены в полной мере особенности современного наноструктурного направления нанотехнологии в целом. Чем же обуславливается современный интерес к нанотехнологии вообще и к исследованию наноструктур в частности?

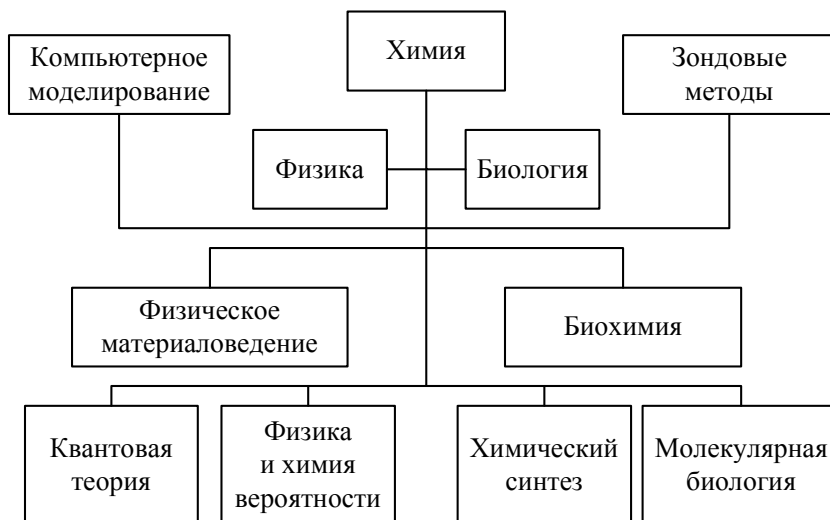


Рис. 1.2. Принципиальный базис нанотехнологии

С одной стороны, методы нанотехнологии позволяют получать принципиально новые устройства и материалы с характеристиками, значительно превышающими их современный уровень. Это первоначально важно для создания новой элементной базы для выпуска наноразмерных устройств будущего, независимо от физических принципов их функционирования.

С другой стороны, нанотехнология является весьма широким междисциплинарным направлением, объединяющим специалистов в области физики, химии, материаловедения, биологии, технологии, направлений в области интеллектуальных/самоорганизующихся систем, высокотехнологичной компьютерной техники и т. д.

Наконец, решение проблем нанотехнологии, в первую очередь исследовательских, выявило множество пробелов как в фундаментальных, так и в технологических знаниях. Все вышеперечисленное способствует концентрации внимания научно-инженерного сообщества в этом направлении.

Во многих технологически продвинутых странах (США, Объединенная Европа, Япония, Китай) приняты и активно претворяются в жизнь национальные программы, предусматривающие интенсивное развитие различных научно-технических разработок, относящихся к области нанотехнологии и наноструктур.

Если говорить о наноматериалах, то среди некоторых исследователей [24, 65] принято выделять несколько основных разновидностей:

- ◆ консолидированные наноматериалы;
- ◆ нанополупроводники;
- ◆ нанополимеры;
- ◆ нанобиоматериалы;
- ◆ фуллерены и нанотрубки;
- ◆ наночастицы и нанопорошки;
- ◆ нанопористые материалы;
- ◆ супрамолекулярные структуры.

Консолидированные материалы – компакты, пленки и покрытия из металлов, сплавов и соединений, получаемые методами, например, порошковой технологии, интенсивной пластической деформации, контролируемой кристаллизации из аморфного состояния и разнообразными приемами нанесения пленок и покрытий.

Нанополупроводники, нанополимеры и нанобиоматериалы могут быть в изолированном и, частично, в смешанном (консолидированном) состоянии.

Фуллерены и нанотрубки стали объектами изучения с момента открытия (Н. Крото, Р. Керлу, Р. Смолли, 1985) новой аллотропной формы углерода – кластеров C_{60} и C_{70} , названных фуллеренами. Более пристальное внимание новые формы углерода привлекли к себе, когда были обнаружены углеродные нанотрубки в продуктах электродугового испарения графита (С. Ишима, 1991).

Наночастицы и нанопорошки представляют собой квазинульмерные структуры различного состава, размеры которых не превышают в общем случае нанотехнологической границы. Различие состоит в том, что наночастицы имеют возможный изолированный характер, тогда как нанопорошки – обязательно совокупный. Похожим образом *нанопористые материалы* характеризуются размером пор, как правило, менее 100 нм.

Супрамолекулярные структуры – это наноструктуры, получаемые в результате так называемого нековалентного синтеза с образованием слабых (ван-дер-ваальсовых, водородных и др.) связей между молекулами и их ансамблями.

Из вышеперечисленного видно, что различные наноматериалы и наноструктуры разительно различаются как по технологии изготовления, так и по функциональным признакам. Их объединяет

характерный малый размер элементов (частиц, зерен, трубок, пор), определяющий структуру и свойства.

Если говорить о наноматериалах в целом, то одной из важных особенностей их структуры является обилие поверхностей раздела (межзеренных границ и тройных стыков – линий встречи 3-х зерен).

Схема тройного стыка, образованного зернами в виде тетраэдрических додекаэдров, приведена на рис. 1.3, *а*; на рис. 1.3, *б* представлена зависимость общей доли поверхностей раздела, а также доли собственно межзеренных границ и доли тройных стыков от размера зерен.

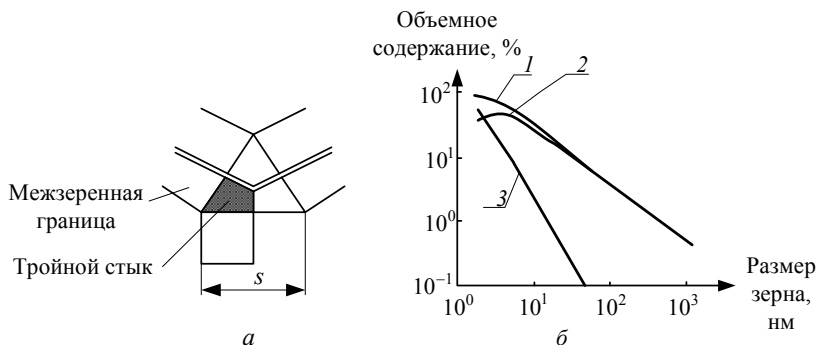


Рис. 1.3. Схема тройного стыка (*а*) и влияние размера зерна (*б*) на общую долю поверхностей раздела (1), долю межзеренных границ (2) и тройных стыков (3) при $s = 1$ нм [45]

Общая доля поверхностей раздела составляет:

$$V_{\text{пр}} = 1 - \left[\frac{(L - s)}{L} \right]^3 \sim 3s/L; \quad (1.1)$$

доля собственно межзеренных границ:

$$V_{\text{мг}} = \left[\frac{3s(L - s)^2}{L^3} \right]; \quad (1.2)$$

и соответственно доля тройных стыков:

$$V_{\text{тс}} = V_{\text{пр}} - V_{\text{мг}}, \quad (1.3)$$


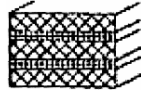










где L – размер зерна, s – ширина границы (приграничной зоны).

Одной из наиболее распространенных классификаций для основных типов структур неполимерных наноматериалов является известная классификация Г. Глейтера [12]. По химическому составу и распределению фаз выделяются четыре типа структуры

(табл. 1.2): однофазные, статические многофазные с идентичными и неидентичными поверхностями раздела и матричные многофазные. Также можно выделить три типа структуры по форме: пластинчатую, столбчатую и содержащую равноосные включения. Здесь учитываются также возможности сегрегации на межкристаллитных границах. Наиболее распространены одно- и многофазные матричные и статические объекты, столбчатые и многослойные структуры (в большинстве случаев – для пленок).

Таблица 1.2

Классификация консолидированных наноматериалов

Хим. состав Форма	Состав и распределение			
	Однофазный	Многофазный		
		Статистическое		Матричное
		Идентичные границы	Неидентичные границы	
Пластинчатая				
Столбчатая				
Равноосная				

Жизнеспособной также представляется двухбазисная классификация наноразмерных структур (НРС), представленная на рис. 1.4.

Здесь одно направление классификации (по нанобазису) отражает различие происхождения наноструктур, другое (по топологии) разделяет наноструктуры по непрерывности. Подробнее эти направления представлены в табл. 1.3 и 1.4.

Отдельную нишу, с точки зрения применения в нанoeлектронике и нанofотонике, занимают такие материалы, как нанокompозиты, нанокерамика, нанопористые материалы, сверхпроводящие материалы, а также нанoeлектромеханические системы (НЭМС/NEMS).

Нанокompозиты определяются наличием четкой границы разделов элементов, объемным сочетанием компонентов, а также тем, что свойства композиции шире, чем свойства совокупности ком-

понентов. По характеру связности структурных элементов композиты делятся на матричные (один компонент – матрица, другие – включения), каркасные (компоненты – взаимопроникающие жесткие монолиты) и однокомпонентные поликристаллы (структурные элементы – одно вещество с разной ориентацией главных осей анизотропии). По форме структурных элементов нанокompозиты делятся на волокнистые, зернистые и слоистые. По объемному расположению структурных материалов – регулярные и стохастические. Некоторые свойства описаны в работе [30]. В электронике применимы в основном сегнетоэлектрики.

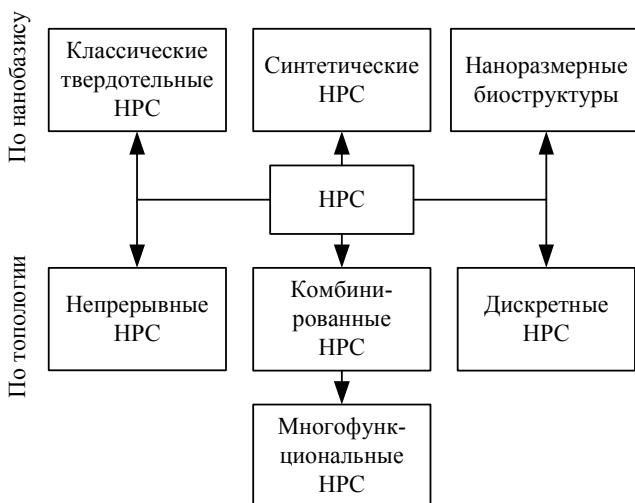


Рис. 1.4. Классификация наноразмерных структур (НРС)

Таблица 1.3

Классификация наноструктур по нанобазису

Классические твердотельные НРС	Синтетические НРС	Наноразмерные биоструктуры
Наночастицы. Нанотрубки. Ме, п/п, диэл. тонкие пленки. Квазиодномерные проводники. Квазинульмерные Ме, п/п, диэл. объекты. Нанокристаллы и т. д.	Нанополимеры. Синтетические нановолокна. Синтетические тонкие пленки. Нанокolloиды. Нанокристаллы. (каучук, кевлар, тефлон и т. п.)	Биомолекулярные комплексы. Модифицированные вирусы. Органические наноструктуры

Таблица 1.4

Классификация наноразмерных структур по топологии

Непрерывные, квазинепрерывные НРС	Дискретные, квазинульмерные НРС	Комбинированные НРС
Квазитрехмерные (многослоиные, с наноразмерными дислокациями, сверхрешетки, нанокластеры). Квазидвухмерные (тонкопленочные). Квазиодномерные (нанопроводники, нанотрубки)	Наночастицы. Квантовые точки. Квантовые ямы. Наноразмерные точечные дефекты. Элементы периодических структур	Гетерогенные структуры. Периодические многокомпонентные структуры. Многообъектные сложные структуры (фрактальные)

Нанокерамика – поликристаллические материалы, полученные спеканием неметаллических порошков с размером частиц менее 100 нм. Нанокерамику обычно делят на конструкционную (для создания механически прочных конструкций) и функциональную (со специфическими электрическими, магнитными, оптическими и термическими функциями). Перспективность нанокерамики обусловлена сочетанием многообразия свойств, доступностью сырья, экономичностью технологии производства, экологичностью и биосовместимостью. Некоторые разновидности обладают проводящими, полупроводниковыми, магнитными, оптическими, термическими и другими свойствами, которые интересно использовать в элементах приборных устройств. Функциональной, с точки зрения совмещения электронных и наномеханических систем, является пьезокерамика, способная поляризоваться при упругой деформации и деформироваться под воздействием внешнего электромагнитного поля.

Нанопористые материалы – с размером пор < 100 нм – представляют интерес как промежуточные структуры в технологическом процессе изготовления нанoeлектронных изделий: например как мультикатализаторы; как источники энергии и сенсоры.

Сверхпроводники (имеются в виду высокотемпературные) представляют особый интерес, так как делают возможным создание дешевых электронных приборов на основе эффектов Джозефсона и Мейснера [21], возможных только в сверхпроводниках. При этом наилучшие характеристики достигаются при размерах активной зоны менее 10 нм, что связано с малой длиной корреляции носителей в высокотемпературных сверхпроводниках (0,1–1,5 нм). С по-

явлением методов формирования наноразмерных структур стало возможным создание очень экономичных и быстродействующих элементов цифровой электроники, чувствительнейших датчиков магнитного поля и аналоговых элементов.

Нанозлектромеханические системы – это совокупность электронных и механических элементов, выполненных в наноразмерном исполнении на основе групповых методов. Сложные функциональные системы могут строиться на основе микро-, нанотехнологий и наноматериалов. Преимущества НЭМС состоят в сопряжении элементов различного функционального назначения – механических и электронных. Приборы НЭМС могут включать наночувствительный элемент (ЧЭ, актюатор), схему преобразования сигнала, системы управления, системы хранения и передачи информации. Наибольший интерес представляет технология *кремний-на-изоляторе* (КНИ), позволяющая не только улучшить основные характеристики микро- и наносистем, но и значительно расширить перспективы приборных реализаций изделий микро- и нанозлектроники, включая наносенсорику и наносистемную технику, например структуры КНИ и составные структуры позволяют в перспективе разрабатывать схемы с трехмерной интеграцией.

Нанопроводники и *нанотрубки* могут использоваться как отдельные функциональные элементы (Т-, Y-образные нанотрубки могут работать как транзисторы), так и в качестве элементов – например как канал полевого транзистора или элементы нанопамяти (подробнее см. [55]).

1.1.2. ОСОБЕННОСТИ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУР

Наиболее общие особенности свойств наноструктур сводятся к тому, что:

- ♦ с уменьшением размера элементов значительно возрастает роль поверхностей раздела (доля приповерхностных атомов увеличивается от долей процента до нескольких десятков процентов);
- ♦ свойства поверхностей раздела в нанометровом диапазоне размеров могут сильно отличаться от таковых для крупнокристаллических материалов (краевые эффекты, влияние сил изображения, различия поверхностей раздела в нанокompозитах);

- ♦ размер элементов наноструктур соизмерим с характерными размерами некоторых физических явлений (например, с длиной свободного пробега в явлениях переноса);
- ♦ размерные эффекты в наноструктурах могут иметь квантовый характер (когда размер области локализации свободных носителей становится соизмерим с длиной волны де Бройля λ_B , рис. 1.5):

$$\lambda_B \approx \frac{\hbar}{\sqrt{2mE}}, \quad (1.4)$$

где m – эффективная масса электронов; E – энергия носителей; \hbar – постоянная Планка.

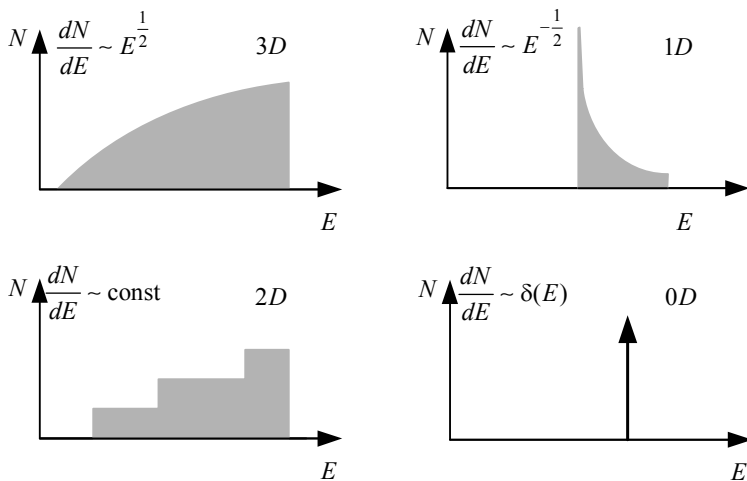


Рис. 1.5. Плотность состояний $N(E)$ для носителей зарядов в структурах с различной размерностью

Для макроскопических структур характерна квадратичная зависимость плотности электронных состояний $N(E)$ от энергии. Уменьшение областей локализации носителей вплоть до λ_B в одном, двух или трех направлениях, как следует из решения уравнения Шредингера с соответствующими граничными условиями, сопровождается изменением характера зависимостей $N(E)$.

В пределах двух- и одномерных структур свободное движение носителей заряда является двухмерным и одномерным соот-

ветственно. В квантовых точках энергетический спектр электронов «квантуется» в трех измерениях и представляет собой набор дискретных уровней, разделенных зонами запрещенных состояний.

Дополнительно в наноструктурах при уменьшении размера элементарного структурного элемента наблюдается:

- ◆ увеличение ширины запрещенной зоны;
- ◆ сдвиг полосы поглощения в область больших энергий, согласно теоретической зависимости $E \sim 1/R$;
- ◆ голубой сдвиг (сдвиг спектров люминесценции в коротковолновую область);
- ◆ переход к немонотонной зависимости электрических свойств от размеров.

Отсюда очевидной становится возможность модификации электронных свойств наноструктур по сравнению с полупроводниковыми структурами.

Многочисленные связи между особенностями структуры и электронным строением и свойствами выявлены для углеродных и других трубчатых структур. Для однослойных нанотрубок выявлена зависимость типа проводимости от хиральности: зигзагообразные трубки обладают металлическим типом проводимости, хиральные – полупроводники, причем ширина запрещенной зоны коррелирует с радиусом трубок (для узкощелевых полупроводников $\Delta E_g \sim R^{-2}$, для широкощелевых $\Delta E_g \sim R^{-1}$).

На рис. 1.6 показаны схемы наноконструктов, состоящих из различно заряженных кристаллитов. Приложение внешнего электромагнитного поля изменяет заряды поверхностей раздела.

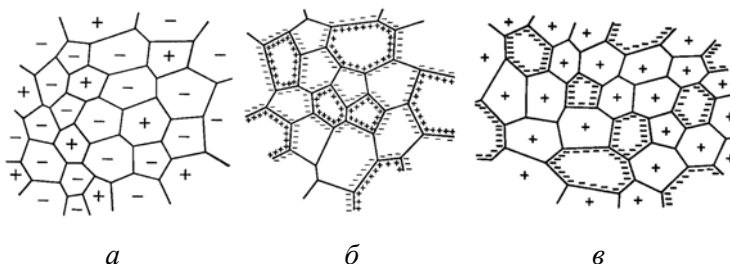


Рис. 1.6. Схемы структуры наноконструктов, содержащие фазы различного заряда [71]:

a – в структуре *p*- (дырочные полупроводники) и *n*-кристаллиты (электронные полупроводники); *б* – фазы с различной энергией Ферми; *в* – металлы и полупроводники

Термодинамические свойства. Если говорить об особенностях термодинамических свойств и фазовых равновесных состояний, то на этот счет определенного однозначного толкования нет. Есть мнение [62], что для частиц размером более 10 нм традиционные понятия о поверхностной энергии более менее применимы. В случае размеров 1–10 нм свойства требуют отдельного уточнения, и при размерах менее 1 нм вся частица приобретает свойства поверхностного слоя и требует специального подхода. В первом приближении эти соображения применимы для термодинамики консолидированных наноматериалов. Также имеются следующие термодинамические особенности, характерные для наноструктур:

- ◆ некоторые термодинамические соотношения могут не выполняться, так как появляется дополнительная степень свободы, обусловленная наличием тождественных и независимых малых частиц (систем);
- ◆ флуктуации термодинамических переменных становятся соизмеримы со средними значениями самих свойств;
- ◆ проявляются значительные тепловые эффекты ΔH ;
- ◆ точки фазового равновесия имеют тенденцию к сдвигу в область более низких температур;
- ◆ изменяются температуры фазовых превращений;
- ◆ некоторые термодинамические свойства (например, свободная энергия Гиббса G) могут терять монотонность.

Из общих соображений следует, что наличие большого числа приповерхностных атомов должно оказывать значительное влияние на фонный спектр и связанные с ним термические свойства (теплоемкость, тепловое расширение, температуру плавления, решеточные составляющие теплопроводности и др.). Отмечено, что в фонных спектрах наноструктур появляются дополнительные низко- и высокочастотные моды. Теплоемкость практически во всех случаях повышается (при $T < 1$ К – немонотонно). Изменяются характеристическая температура (убывает) и фактор, отражающий атомные смещения (Дебая–Уоллера – возрастает). Уменьшается температура плавления.

Свойства проводимости. Известно, что электросопротивление металлических твердых тел определяется в основном рассеянием электронов на фонах, дефектах структуры и примесях. Значительное повышение удельного электросопротивления ρ с уменьшением размера структурного элемента отмечено для многих ме-

таллоподобных наноматериалов (Cu, Pd, Fe, Ni, Ni-P, Fe-Cu-Si-B, NiAl, нитридов и боридов переходных металлов и др.). Причиной являются повышение роли дефектов, а также особенности фонового спектра. Практически для всех таллоподобных наноматериалов характерно большое остаточное электросопротивление при $T \approx 1 \div 10$ К и малое значение температурного коэффициента электросопротивления (ТКЭ). Заметное изменение электросопротивления возникает при $L \leq 100$ нм. Оценки показывают, что удельное электросопротивление на межзеренной границе составляет $\rho_{\text{гм}} \sim 3 \cdot 10^{-12}$ Ом·см и является практически одинаковым для нано- и крупнокристаллических материалов [60]. Таким образом, электрическое сопротивление наноматериала можно рассчитать по формуле

$$\rho_{\Sigma} = \rho_0 + \rho_{\text{гм}} (S/V), \quad (1.5)$$

где ρ_0 – электросопротивление монокристаллического материала с заданным содержанием примесей и дефектов; S – площадь межзеренных границ; V – объем.

Для определения электросопротивления также важен учет пористости, содержания примесей и других факторов.

Электросопротивление тонких пленок зависит от рассеяния электронов внешними поверхностями, топографии, особенности структуры. Важную роль играют толщина пленки и размер структурного элемента, нормированные на длину свободного пробега.

При исследовании сверхпроводимости наноматериалов на примере тугоплавких соединений (NbN, VN, TiN, NbCN) было отмечено существенное влияние размера частиц на критическое магнитное поле [53], замечено понижение температуры перехода в сверхпроводящее состояние.

В полупроводниках, как отмечалось ранее, уменьшение размера частиц приводит к увеличению ширины запрещенной зоны до уровня диэлектриков (например, для GaAs). Также на свойства полупроводников влияют многие факторы (природа и повышение числа сегрегаций на поверхностях раздела, изменение в отклонении от стехиометрии, совершенство межзеренных границ и др.). Поэтому зависимость электросопротивления и диэлектрической проницаемости от размера структурного элемента может быть неоднозначной.

Интересны свойства гибридных наноконпозиций. Например, для непроводящей матрицы с металлическими наночастицами наблюдается резкое повышение проводимости при определенном процентном содержании проводящего компонента, что обусловлено либо барьерным переходом, либо, преимущественно, туннелированием (прыжковым переходом).

Для термоэлектрических наноматериалов характерно повышение добротности.

Учет нарастающего влияния квантовых эффектов (осцилляции и др.) на проводимость наноструктур особенно важен при проектировании таких устройств, как нанодиоды, нанотранзисторы, нанопереклюатели и т. п.

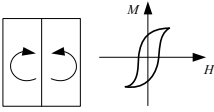
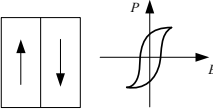
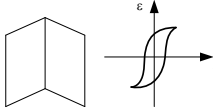
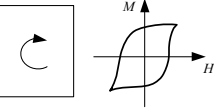
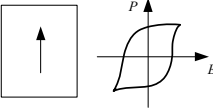
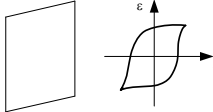
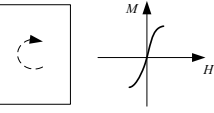
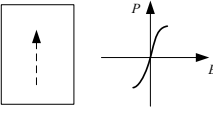
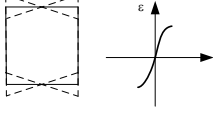
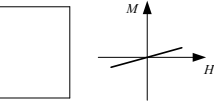
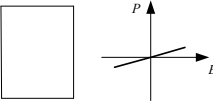
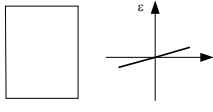
Магнитные свойства. Магнитные характеристики также являются чувствительными к критическому размеру структурного элемента и в настоящий момент активно исследуются. Еще не совсем понятны закономерности изменения магнитной восприимчивости в зависимости от размера кристаллитов для диа- и парамагнетиков, однако для материалов с высокой концентрацией деформационных дефектов отмечается ее повышение. В связи с тем что магнитные свойства существенно зависят от расстояния между атомами, естественно предположить, что намагниченность насыщения I_s , температура Кюри T_c и другие параметры ферромагнитного состояния наноматериалов будут меняться по сравнению с крупнокристаллическими объектами. Так, значение I_s для нанокристаллического Fe ($L = 6$ нм) на 40 % ниже.

Суперпарамагнетизм проявляется для наночастиц (нанокристаллов) ферро-, ферри- и антиферромагнетиков в случаях, когда энергия тепловых флуктуаций становится сравнимой с энергией поворота магнитного момента частиц. В табл. 1.5 схематично показано изменение характеристик различных ферроиков под влиянием соответствующих полей с учетом дисперсности.

Коэрцитивная сила H_c различных магнитомягких материалов немонотонно зависит от размера кристаллитов. До 40–70 нм она возрастает. В области 40–70 нм имеет плоский максимум, а затем убывает при дальнейшем уменьшении размера кристаллитов. Вообще оптимальные характеристики ($\min H_c$, \max магнитной проницаемости $\mu = B/H$ и индукции насыщения B_s) магнитомягких материалов реализуются при размере кристаллитов менее 20 нм.

Таблица 1.5

Влияние размерного фактора на характеристики ферромагнетиков, сегнетоэлектриков и сегнетоэластов [57]

Размер кристаллитов, нм	Ферромагнетики	Сегнетоэлектрики	Сегнетоэластики
1000	<p>Многодоменная структура</p> 	<p>Многодоменная структура</p> 	<p>Многодоменная структура</p> 
100	<p>Однодоменная структура</p> 	<p>Однодоменная структура</p> 	<p>Однодоменная структура</p> 
10	<p>Суперпарамагнетик</p> 	<p>Суперпарамагнетик</p> 	<p>Суперпарамагнетик</p> 
1	<p>Парамагнетик</p> 	<p>Парамагнетик</p> 	<p>Парамагнетик</p> 

Гигантским магнитно-резистивным эффектом обладают многослойные пленки (сверхрешетки), состоящие из чередующихся нанослоев ферромагнитного и немагнитного материалов (Fe/Cr, Co/Cu,

Ni/Ag и др.), а также порошковых наноконпозиций такого состава. При приложении магнитного поля к этим наноструктурам наблюдается значительное уменьшение электросопротивления по сравнению с однородными аналогичными материалами. Также для магнитных сверхрешеток и магнитотвердых материалов при уменьшении толщины пленок и размеров кристаллитов может наблюдаться переход в суперпарамагнитное состояние, сопровождаемое нарушением магнитного порядка (снижением магнитных характеристик).

У антиферромагнетиков типа CuO и NiO в наносостоянии зависимость намагниченности от приложенного магнитного поля имеет характерный для ферромагнетиков вид, т. е. обнаруживаются гистерезисные свойства.

Помимо этого магнитным материалам присущ магнитокалорический эффект, состоящий в упорядочивании магнитных спинов внедренных магнитных частиц в структуру немагнитной или слабомагнитной матрицы вдоль направления приложенного магнитного поля.

Увеличение твердости и прочности наноматериалов, изменения пластичности, упругих характеристик, стабильности, каталитических и диффузных свойств известно и изучается в настоящее время. Эти особенности также можно использовать при создании элементов приборных устройств.

1.1.3. ПРИМЕНЕНИЕ НАНОСТРУКТУР ДЛЯ СОЗДАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ ПРИБОРНЫХ УСТРОЙСТВ

Переход к новым методам производства, особенно коренной переход к созданию изделий «снизу вверх» с помощью поатомной или помолекулярной сборки, возможен в течение ближайших десятилетий. Однако в данном случае речь идет о ближайшей перспективе использования тех или иных наноматериалов или наноструктур. Основных направлений для электроники видится три – конструкционное (улучшение прочностных характеристик несущих конструкций, корпусных и других элементов), функциональное (улучшение используемых и применение новых свойств силами нанотехнологии) и комбинированный подход. Уже сейчас наноразмерные покрытия и наночастицы используются для увеличения прочностных характеристик материалов в разы и на порядки; известны фильтрационные, каталитические, абсорбционные свойства нанопористых

материалов: наночастицы (Co, Ni), нанокристаллические железные пленки (ZrN, AlN), сверхрешетки типа Nb/Fe, Nb/Ge; ультрадисперсные порошки обладают уникальными магнитными свойствами. Проволочные нанокомпозиты (типа Cu-Nb), проводящие наноструктурные пленки TiN, TiB₂, наночастицы металлов в полимерах, использование нанотрубок позволяют улучшать одновременно характеристики электропроводности и прочности. Термоэлектрические наноматериалы (сверхрешетки на основе квантовых точек PbSeTe, квантовых проволок SiGe и квантовых стенок PbTe/Pb_{1-x}Eu_xTe) благодаря высоким параметрам добротности считаются перспективными для систем преобразования солнечной энергии и криотехники. Материалы с высокой диэлектрической проницаемостью (сегнетоэлектрики на основе Pb(Ti, Zr)O₃) применяются в качестве многослойных конденсаторов, термисторов, варисторов, элементов памяти, чувствительных датчиков и др. Наноструктуры – металл-диэлектрик-полупроводник – являются основными базовыми элементами ИС. Переход к нанополупроводникам сопровождается сдвигом спектров люминесценции в коротковолновую область, увеличением ширины запрещенной зоны, что находит важные технические приложения. Монокристаллические частицы в полимерных матрицах рассматриваются как возможные светодиоды и оптические переключатели, а также сенсоры. Применение гетероструктур с квантовыми ямами и сверхрешетками типа AlGaAs/GaAs в полупроводниковых лазерах позволяет снизить пороговые токи и использовать более короткие волны излучения, что повышает быстродействие, снижает энергопотребление оптоволоконных систем. Нанопроводники и особенно нанотрубки являются самыми перспективными для создания эмиттеров, транзисторов и переключателей нового поколения [32, 47, 55, 69]. Наконец, нанoeлектромеханические системы позволяют связать макро- и наномиры со всей совокупностью электронных устройств. Сфера применения НЭМС – суперминиатюрные сенсоры, электромоторы, преобразователи, датчики, вентили, клапаны, конденсаторы, резонаторы, генераторы и др. Сообщается, что измерение перемещений на уровне тысячных долей нанометра возможно с помощью НЭМС на основе датчика из GaAs (3000×250×200 нм) в совокупности с одноэлектронным транзистором [27]. Большой интерес представляют и различные комбинированные подходы.

Информация о применении наноструктур приведена в табл. 1.6.

Таблица 1.6

Наноструктуры в элементах приборных устройств

Наноразмерные материалы (структуры)	Размер, нм	Методы получения	Применение в качестве элементов приборных устройств	Преимущества
1	2	3	4	5
Кристаллические структуры силицидов, оксидов, нитридов, карбидов Ni, Cr, Mn, Ti, Pt, Pd, Mo, W	Около 70	Ионная модификация (ионный синтез)	Транзисторы с Me-базой, захороненные коллекторные контакты в скоростных биполярных транзисторах, системы межсоединений в скоростных ИС, СБИС	Высокая скорость
Гетероструктуры (InAs/GaAs, Ge/Si, CdSe/ZnSe, CdTe/ZnTe) с имплантированными квантовыми точками	1–20*	МЛЭ, осаждение из жидкофазной, газовой фазы	Энергонезависимая память, фотоэмиттеры, фотоприемники, туннельно-резонансные диоды, оптоволоконные системы	Низкое энергопотребление, высокая стабильность, скорость
Нанокompозиты (наноразмерные сегнетоэлектрики ЦТС, SrBi ₂ Ta ₂ O ₉)	10–100	Магнетронное напыление, лазерная абляция, химическое осаждение из газовой фазы (MOCVD), золь-гель метод	Энергонезависимая и динамическая память, конденсаторы, устройства на ПАВ, микроаттенуаторы, датчики, оптические процессоры, световоды, линии задержки, умножители частоты и др.	Высокая скорость, высокое напряжение пробоя, низкие потери, спец. свойства
Нанокерамика	1–100	Спекание неметаллических нанопорошков	Пьезоэлементы, пьезодатчики, диэлектрики, полупроводники, проводники, магнитные, оптические элементы, конструкционные корпусные элементы	Многообразие свойств, доступность сырья, экономичные технологии, экологичность

Продолжение табл. 1.6

1	2	3	4	5
Нанопористые материалы	1–100	Гидротермальный синтез, золь-гель процессы, электрохимические методы, обработка хлором карбидных материалов, создание НПИМ на основе ДНК	Промежуточные структуры в технологическом процессе изготовления нанoeлектронных изделий, мультикатализаторы; источники энергии, сенсоры	Эффективные каталитические процессы, возможность селективной фильтрации, фотокаталитические свойства, адсорбция
Сверхпроводники: пленки $Y_1B_2C_3O_7$ (YBCO), $Zr(Y)O_2$, $(Bi,Pb)_2Sr_2Ca_2Cu_3O_{10}$ (BPSCCO)	10–100	Лазерное осаждение, МOCVD, магнетронное распыление, аэрозольное осаждение	Датчики магнитного и ИК-излучений, быстродействующие цифровые и аналоговые элементы	Экономичность, быстродействие
НЭМС (Si, SiC, Al_2O_3 , SiO_2 и т. п.)	10–100	Селективное травление с использованием химических, электрохимических, плазменных, комбинированных методов, термоадгезионное, термоэлектростимулированное сращивание	Нанодатчики, активные и пассивные элементы ИС с улучшенными характеристиками, трехмерные ИС, оптические системы, системы управления и обработки информации, лаборатории на чипе, СВЧ-приборы	Помехозащищенность, уменьшение паразитных наводок, надежность $p-n$ -переходов
Наночастицы	1–100	Испарение и конденсация, высокоэнергетическое разрушение (измельчение, детонационная обработка, электр. взрыв), синтез, термическое разложение	Имплантиация и комбинирование с другими структурами	Улучшение свойств структур при имплантации

Окончание табл. 1.6

1	2	3	4	5
Нанопроводники и нанотрубки	1–30	Зондовые методики, химическое и физическое осаждение из газовой фазы, электродуговой разряд, термообработка углеродсодержащих структур	Сенсоры, эмиттеры, транзисторы, переключатели, элементы памяти, очень широкий круг применения нанотрубок	Высокие прочностные и электрические проводящие, полупроводниковые и диэлектрические свойства

Примечание. * Например, кластеры с возможностью реализации квантово-размерных эффектов реализуются только при нанесении слоев толщиной менее 10 монослоев Ge (3–7) [28].

1.2. ВВЕДЕНИЕ В ЭЛЕКТРОННУЮ МИКРОСКОПИЮ

1.2.1. ВВЕДЕНИЕ В ОСНОВЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Электронная микроскопия – это совокупность электронно-зондовых методов исследования микроструктуры твердых тел, их локального состава и микрополей (электрических, магнитных и др.) с помощью электронных микроскопов (ЭМ) – приборов, в которых для получения увеличенного изображения используют электронный пучок. Электронная микроскопия включает также методики подготовки изучаемых объектов, обработки и анализа результирующей информации. Различают два основных направления электронной микроскопии: трансмиссионную (просвечивающую) и растровую (сканирующую), основанных на использовании соответствующих типов ЭМ. Они дают качественно различную информацию об объекте исследования и часто применяются совместно. Известны также отражательная, эмиссионная, оже-электронная, лоуренцова и иные виды электронной микроскопии. Далее приведены некоторые основные понятия.

Электронный луч – направленный пучок ускоренных электронов, применяемый для просвечивания образцов или возбуждения в них вторичных излучений (например, рентгеновского).

Ускоряющее напряжение – напряжение между электродами электронной пушки, определяющее кинетическую энергию электронного луча.

Разрешающая способность (разрешение) – наименьшее расстояние между двумя элементами микроструктуры, видимыми на изображении раздельно (зависит от характеристик ЭМ, режима работы и свойств образцов).

Светлопольное изображение – увеличенное изображение микроструктуры, сформированное электронами, прошедшими через объект с малыми энергетическими потерями (структура изображается на экране электроннолучевой трубки (ЭЛТ) темными линиями и пятнами на светлом фоне).

Темнопольное изображение формируется рассеянными электронами (основной пучок электронов при этом отклоняют или экранируют) и используется при изучении сильнорассеивающих объектов (например, кристаллов); по сравнению со светлопольным выглядит как негативное.

Хроматическая aberrация – снижение скорости электронов после просвечивания объекта, приводящее к ухудшению разрешения; усиливается с увеличением толщины объекта и уменьшением ускоряющего напряжения.

Контрастирование (химическое и физическое) – обработка исследуемых образцов для повышения общего контраста изображения и(или) выявления отдельных элементов их структуры.

Оттенивание – физическое контрастирование микрочастиц, макромолекул, вирусов, состоящее в том, что на образец в вакуумной установке напыляется тонкая пленка металла; при этом «тени» (ненапыленные участки) прорисовывают контуры частиц и позволяют измерять их высоту.

Негативное контрастирование – обработка микрочастиц или макромолекул на пленке-подложке растворами соединений тяжелых металлов (U и др.), в результате чего частицы будут видны как светлые пятна на темном фоне (в отличие от позитивного контрастирования, делающего темными сами частицы).

Ультрамикротом (ультратом) – прибор для получения ультратонких (0,01–0,1 мкм) срезов объектов с помощью стеклянных или алмазных ножей.

Реплика – тонкая, прозрачная для электронов, пленка из полимерного материала либо аморфного углерода, повторяющая микрорельеф массивного объекта или его скола.

Сканирование – последовательное облучение изучаемой поверхности узким электронным лучом – зондом с помощью развертки (в трансмиссионных приборах все поле зрения облучается одновременно).

Развертка – периодическое отклонение электронного луча по осям X и Y с целью формирования электронного раstra.

Растр – система линий сканирования на поверхности образца и на экране ЭЛТ.

К примеру, трансмиссионная микроскопия реализуется с помощью трансмиссионных (просвечивающих) электронных микроскопов (ТЭМ), в которых тонкопленочный объект просвечивается пучком ускоренных электронов с энергией 50–200 кэВ. Электроны, отклоненные атомами объекта на малые углы и прошедшие сквозь него с небольшими энергетическими потерями, попадают в систему магнитных линз, которые формируют на люминесцентном экране (и на фотопленке) светлопольное изображение внутренней структуры. При этом удается достичь разрешения порядка 0,1 нм, что соответствует увеличениям до $1,5 \cdot 10^6$ раз. Рассеянные электроны задерживаются диафрагмами, от диаметра которых в значительной степени зависит контраст изображения.

При изучении сильнорассеивающих объектов более информативны темнопольные изображения. Разрешение и информативность ТЭМ-изображений во многом определяются характеристиками объекта и способом его подготовки. При исследовании тонких пленок и срезов полимерных материалов и биологических тканей контраст возрастает пропорционально их толщине, но одновременно снижается разрешение. Поэтому применяют очень тонкие (не более 0,01 мкм) пленки и срезы, повышая их контраст обработкой соединений тяжелых металлов (Os, U, Pb и др.), которые избирательно взаимодействуют с компонентами микроструктуры (химическое контрастирование). Ультратонкие срезы полимерных материалов (10–100 нм) получают с помощью ультрамикротомов, а пористые и волокнистые материалы предварительно пропитывают и заливают в эпоксидные компаунды. Металлы исследуют в виде получаемой химическим или ионным травлением ультратонкой фольги. Для изучения формы и размеров микрочастиц (микрорекристаллы, аэрозоли, вирусы, макромолекулы) их наносят в виде суспензий либо аэрозолей на пленки-подложки из формвара (поливинилформаль) или аморфного углерода, прони-

цаемых для электронного луча, и контрастируют методом оттенения или негативного контрастирования.

Перспективные направления развития. К ним относятся: повышение разрешающей способности ТЭМ и РЭМ и других видов электронных микроскопов; совершенствование способов подготовки образцов; разработка методов получения качественно новой информации и повышения чувствительности методов анализа с помощью спектрометрической системы; разработка методов компьютерной обработки полученных изображений с целью выявления содержащейся в них количественной информации о структуре объекта; автоматизация РЭМ и соединенной с ними аналитической аппаратуры.

Повышение разрешающей способности микроскопов достигается главным образом совершенствованием электронной оптики и применением новых видов электронных пушек. Замена традиционных вольфрамовых термокатодов на ориентированные катоды из LaB_6 позволила повысить электронную яркость пушек в 5–7 раз, а переход к пушкам на полевой эмиссии (автоэмиссии) с холодными катодами из монокристаллического W – в 50–100 раз, что дало возможность уменьшить диаметр электронного зонда и довести разрешение РЭМ до 1 нм, существенно снизив при этом лучевую нагрузку на образец.

Развитие способов подготовки образцов наиболее активно происходит в области электронно-микроскопического исследования структуры полимерных материалов и влагосодержащих объектов и связано преимущественно с разработкой криогенных методов (сверхбыстрое замораживание в струе хладона, прижим к металлическому блоку, охлаждаемому жидким He, низкотемпературное замещение воды органическими растворителями, криоультратомия, криомикроскопия и др.). Эти методы позволяют избежать нарушений структуры и локального состава образцов, наблюдаемых при химической фиксации и нанесении электропроводных покрытий.

Развитие компьютерной техники обусловило значительный прогресс в области математической обработки электронных изображений (компьютерная морфометрия). Разработанные аппаратно-программные комплексы позволяют запоминать изображения, корректировать их контраст; расширять диапазон яркостей путем введения условных цветов; устранять шумы; подчеркивать границы микроучастков, выделять детали микроструктуры в заданном диапазоне размеров и оптической плотности; проводить статисти-

ческую обработку изображений и строить гистограммы распределения микрочастиц по размерам, форме и ориентации; реконструировать объемные изображения структуры композиционных материалов и иных объектов по микрофотографиям серийных срезов; реконструировать объемные изображения микрорельефа и строить профилограммы сечений по стереомикрофотографиям; рассчитывать локальные микроконцентрации элементов по элементно-селективным изображениям и спектрам; определять параметры кристаллических решеток по электронограммам и др.

1.2.2. СУЩЕСТВУЮЩИЕ ВИДЫ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ

Просвечивающий электронный микроскоп – это прибор, в котором электронный луч пропускается через ультратонкий образец, при этом взаимодействуя с ним. Образ формируется из электронов, проходящих через образец, увеличивается и усиливается собирательными линзами и появляется на экране, флюоресцентном в большинстве просвечивающих электронных микроскопов. Также может быть использован сенсор, как ССD-камера. Первый практический просвечивающий электронный микроскоп был построен Альбертом Пребусом и Дж. Хиллиером в университете Торонто (Канада) в 1938 г., используя концепции, предложенные ранее Максом Кноллом и Эрнстом Руска.

Растровый электронный микроскоп (англ. Scanning Electron Microscope, SEM) – прибор, позволяющий получать изображения поверхности образца с большим разрешением (менее микрометра). Ряд дополнительных методов позволяет получать информацию о химическом составе приповерхностных слоев.

Отражательный электронный микроскоп – это вакуумный электронно-оптический прибор для наблюдения и фотографирования многократно (до 106 раз) увеличенного изображения объектов, полученного с помощью пучков электронов, ускоренных до больших энергий. Разрешающая способность электронного микроскопа в несколько тысяч раз больше, чем у обычного оптического микроскопа; предел разрешения электронного микроскопа составляет $\sim 0,01\text{--}0,1$ нм.

Растровый просвечивающий электронный микроскоп – является комбинацией соответственно растрового и просвечивающего электронных микроскопов.

Фотоэмиссионный электронный микроскоп – электронно-оптический микроскоп, в котором изображение формируется потоком частиц, испускаемых поверхностью объекта при нагревании, наложении сильного электрического поля и т. п.

1.3. ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

1.3.1. ОСНОВЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Теоретически максимально возможное разрешение в оптическом микроскопе было ограничено длиной волны фотонов, используемых для облучения образца, и угловой апертурой оптической системы. В начале 20-го столетия ученые обсуждали вопрос преодоления ограничений относительно большой длины волны видимого света (длины волн 400–700 нанометров) через использование электронов. Подобно любому веществу, электроны имеют волновые и корпускулярные свойства (как было показано де Бройлем), и их волновые свойства означают, что электронный луч может вести себя подобно лучу электромагнитного излучения. Электроны обычно генерируются в электронном микроскопе посредством термоэлектронной эмиссии из нити накаливания, обычно сделанной из вольфрама, так же как и через *light bulb* или посредством полевой эмиссии. Электроны затем ускоряются электрическим потенциалом (измеряемым в вольтах) и фокусируются электростатическими или электромагнитными линзами на образце. Прощедший через образец луч содержит информацию об электронной плотности, фазе и периодичности, которые используются при формировании изображения.

1.3.2. КОНСТРУКЦИЯ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

ПЭМ работает по схеме проходящих электронных лучей в отличие от светового металлографического микроскопа, в котором изображение формируется отраженными световыми лучами. Источник света в электронном микроскопе заменен источником элек-

тронов, вместо стеклянной оптики используются электромагнитные линзы (для преломления электронных лучей).

ПЭМ состоит из электронной пушки – устройства для получения пучка быстрых электронов и системы электромагнитных линз. Электронная пушка и система электромагнитных линз размещены в колонне микроскопа, в которой в процессе работы микроскопа поддерживается вакуум 10^{-2} – 10^{-3} Па.

Принципиальная оптическая схема ПЭМ показана на рис. 1.7. В электронной пушке катод *1* – раскаленная вольфрамовая нить испускает электроны, которые ускоряются на пути к аноду мощным электрическим полем и проходят через отверстие анода. Полученный узкий интенсивный пучок быстро летящих электронов вводится в систему электромагнитных линз электронного микроскопа. После фокусирования двухступенчатой электромагнитной линзой (конденсором) *2* электронные лучи, проходя через объект *3*, рассеиваются и далее фокусируются объективной линзой *4*, формирующей первичное изображение *5* просвечиваемой электронами части объекта. Объективная линза дает увеличение примерно в 100 раз. Следующая за объективной промежуточная линза перебрасывает промежуточное изображение с небольшим увеличением (обычно до 10 раз) *6* в предметную плоскость проекционной линзы *7*, а проекционная линза формирует окончательное сильно увеличенное изображение (проекционная линза дает увеличение до 100 раз). Таким образом, общее увеличение электронного микроскопа может достигать 100 000 раз.

В связи с тем что обычные микрошлифы для исследования структуры металлов и сплавов с помощью просвечивающего электронного микроскопа непригодны, необходимо готовить специальные очень тонкие, прозрачные для электронов, объекты. Такими объектами являются реплики (слепки) с поверхности хорошо отполированных и протравленных микрошлифов (косвенный метод электронномикроскопических исследований металлов и сплавов) или металлические фольги, полученные путем утонения исследуемых массивных образцов (прямой метод электронномикроскопических исследований).

Реплика должна полностью воспроизводить рельеф поверхности микрошлифа. Схема воспроизведения рельефа поверхности микрошлифа репликой показана на рис. 1.8. Толщина реплики должна быть порядка 0,01 мкм. Реплики могут быть одноступен-

чатыми (слепки непосредственно с исследуемой поверхностью) или двухступенчатыми (сначала получают отпечаток поверхности, на который наносят реплику, копирующую рельеф поверхности первого отпечатка).

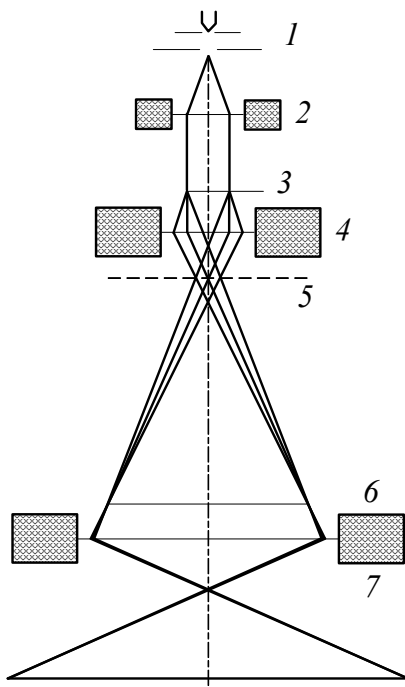


Рис. 1.7. Принципиальная оптическая схема ПЭМ:

- 1 – катод; 2 – двухступенчатая электромагнитная линза (конденсор);
3 – объект; 4 – объективная линза; 5 – первичное изображение;
6 – промежуточное изображение; 7 – проекционная линза

Одноступенчатые реплики готовят путем распыления вещества (углерода, кварца, титана и других веществ) в вакуумированной испарительной камере (в ВИКе) и осаждения его на поверхность шлифа. Для изготовления углеродных реплик на поверхность шлифа в испарительной камере напыляют уголь с угольных стержней, нагретых пропусканием тока. Пары углерода конденсируются на поверхности шлифа, и образуется тонкая углеродная пленка (реплика). Полученные путем распыления вещества реплики позволяют воспроизводить даже самые мелкие детали рельефа поверхности исследуемого образца.

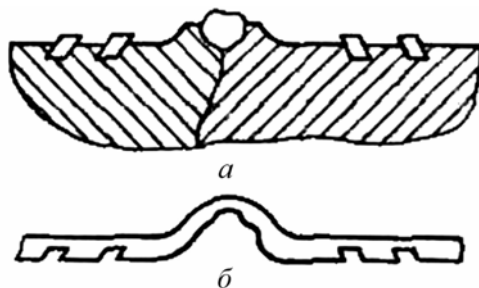


Рис. 1.8. Схема получения электронномикроскопических препаратов (реплик):
а – исходный образец в поперечном сечении; *б* – готовая реплика

В качестве реплики для ряда материалов (алюминия и его сплавов, меди и др.) можно использовать оксидную пленку, которая создается на подготовленной поверхности образца путем анодирования в соответствующем растворе. Применяют также лаковые реплики, которые получают нанесением на поверхность шлифа тонкого слоя лака (4%-ного раствора коллодия в амилацетате).

При изготовлении двухступенчатой реплики (рис. 1.8, *а*) в качестве материала для первой ступени можно использовать, например, отмытую от фотоэмульсии фотографическую или рентгеновскую пленку. Ее размягчают в ацетоне и накладывают на исследуемую поверхность образца под некоторым давлением. После высыхания такой отпечаток осторожно механически снимают с поверхности и на полученный оттиск напыляют в вакууме определенное вещество, например углерод. Затем подложку (фотопленку) растворяют в ацетоне, а реплику промывают и подвергают исследованию.

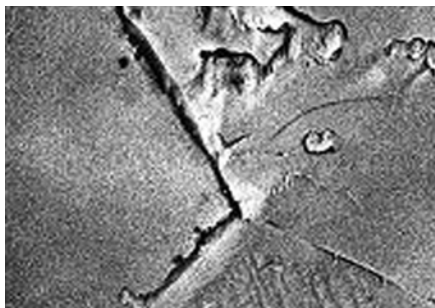


Рис. 1.9. Изображение стыка трех зерен, полученное с помощью ПЭМ на двухступенчатой реплике

Наибольшую информацию о структуре металла дает прямой метод электронномикроскопического исследования, когда объектом исследования служит тонкая металлическая фольга (рис. 1.9).

1.3.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

Фольгу чаще всего готовят следующим образом. Из образца, подлежащего изучению, вырезают круглую заготовку диаметром 3 мм и толщиной 0,2–0,3 мм, которую затем утоняют шлифованием до 0,1–0,15 мм. Окончательное утонение пластинки осуществляют химическим или электролитическим (наиболее частый случай) полированием в подходящем реактиве (по химическому составу, температуре). Подготовленную пластинку погружают в электролит в качестве анода. Катодами служат две металлические пластинки, расположенные по обе стороны от образца (фольги). Электрополирование, при оптимальном соотношении тока и напряжения, продолжают до появления в центральной части полируемой пластинки одного или нескольких небольших отверстий (диаметром 0,2–0,8 мм). По краям таких отверстий участки фольги получаются наиболее тонкими и могут быть использованы для просмотра в электронном микроскопе.

При рассмотрении реплик и фольг под электронным микроскопом при больших увеличениях вид микроструктуры значительно изменяется. Поэтому для правильной расшифровки структуры необходимо начинать исследование с небольших увеличений, постепенно переходя к большим.

Для металлофизических исследований обычно используют микроскопы с ускоряющим напряжением 100–200 кВ, позволяющие просвечивать электронными лучами объекты толщиной 0,2–0,4 мкм (предельная толщина зависит от атомной массы материала). С увеличением ускоряющего напряжения возрастает проникающая способность электронов, что дает возможность изучать объекты большей толщины. Широкое применение получили электронные микроскопы УЭМВ-100, ПЭМ-100, ЭМ-200 и др. Известны электронные микроскопы с ускоряющим напряжением 500, 1000, 1500 и даже 3500 кВ. Такие микроскопы позволяют изучать объекты толщиной до нескольких микрометров.

1.3.4. ФОРМИРОВАНИЕ ЛУЧА

Наверху ПЭМ расположен источник испускания, который может быть вольфрамовой нитью или катодом из гексаборида лантана (LaB_6). При приложении высокого напряжения к трубке (~120кВ для большинства установок) она начинает испускать термоэлектроны. Это излучение обычно собирается в пучок с помощью цилиндра Венельта. После экстракции электронов верхняя линза ПЭМ формирует электронный пучок заданного размера в заданном месте для последующего взаимодействия с образцом.

Управление электронным пучком основано на двух физических эффектах. Взаимодействие электронов с сильным магнитным полем заставляет их подчиняться правилу правой руки. Этот эффект позволяет управлять электронным пучком при помощи системы электромагнитов. Использование магнитных полей позволяет создать магнитные линзы переменной мощности фокусировки, а также объективы, способные придавать электронному пучку определенную форму при помощи перераспределения силы магнитного потока. Кроме того, электростатические поля могут давать постоянный угол преломления электронного пучка. Комбинирование этих двух эффектов позволяет сдвигать пучок электронов, что дает возможность производить управляемое сканирование – это чрезвычайно важно для ПЭМ.

Изменяя угол наклона квадripольной или гексапольной линзы в ТЭМ, изменяем проходящий поток электронов, что дает возможность изменять увеличение. Квадripольный объектив представляет собой электромагнитную катушку с возможностью изменения силы магнитного поля. Использование гексапольной линзы просто повышает точность изменения силы.

Обычно в ТЭМ есть три этапа линзирования. Первая ступень – коллимирующие линзы, вторая – объективные линзы, третья – проекционные линзы.

Конденсорные линзы отвечают за коллимирование и формирование первичного пучка электронов. Объективные линзы окончательно фокусируют пучок на образце. Проекционные линзы используются для вывода изображения на сторонние мультимедийные устройства. Увеличение в ТЭМ определяется соотношением расстояния между образцом и объективными линзами.

1.3.5. МЕТОДЫ ВИЗУАЛИЗАЦИИ

Метод контрастирования. Данный метод исследования в основном зависит от режима работы ПЭМ, поскольку в зависимости от режима работы активируются или деактивируются различные группы линз. Использование визуализационного комплекса совместно с уникальными возможностями линз, такими как изменение силы или отключение отдельных линз, дают широкие возможности для исследований в различных режимах.

Следующий метод – **метод светлого поля**. Данный метод является наиболее часто используемым, в котором контрастность формируется непосредственно окклюзиями. Области образца и области с более высоким атомным номером на изображении будут выглядеть темными участками, в то время как в местах, где образца нет, будут светлые области, отсюда и термин «светлое поле».

Последний метод – это **метод светлого пятна**. Детальность изображения в ПЭМ может быть увеличена, если использовать особенности некоторых участков поглощать свет. ПЭМ, используя физико-химические особенности образцов, таким образом, может значительно повышать контрастность областей. Участок поглощает электроны через фоновое взаимодействие, непоглощенная часть пучка попадает на проекционные линзы, давая изображение участка. Соединения тяжелых металлов, таких как осмий, свинец, уран, могут быть использованы в ПЭМ для выборочной расстановки атомов в образце или на его поверхности. Электронный пучок, смещенный электростатическими линзами, взаимодействует с положительно заряженными атомами и отрицательно заряженными электронными облаками. Электроны с более плотными облаками выглядят на экране более темными пятнами.

1.3.6. НЕДОСТАТКИ И ОГРАНИЧЕНИЯ, ОСОБЕННОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПЭМ

Для начала отметим недостатки просвечивающего электронного микроскопа. Материалам требуется особая подготовка перед непосредственными исследованиями, поскольку необходимо изготавливать образец такой толщины, чтобы электроны в достаточной степени проходили сквозь него. Исследуемые образцы

могут быть расположены только на графене – углеродном наноматериале в один атом толщиной, что обеспечит достаточную пропускную способность. Поле зрения ПЭМ является ограниченным, что не позволяет сделать оценку всей поверхности образца. В случае с биоматериалами велика вероятность нанесения повреждений образцу.

Далее рассмотрим ограничения по разрешению. Разрешение ПЭМ зачастую ограничивается сферическими и хроматическими aberrациями. Новое поколение корректоров уже позволяет преодолеть значительную часть сферических aberrаций. Программное обеспечение для коррекции сферических aberrаций позволило получить изображение атома углерода в алмазе с достаточно высоким разрешением. Раньше этого сделать не удавалось, поскольку межатомное расстояние составляло 0,89 ангстрем (89 пикаметров, 1 ангстрем = 100 пикаметров = 10^{-10} м). Увеличение в этом случае составляло 50 миллионов раз. Способность определять расположение атомов в материалах сделал ПЭМ незаменимым инструментом для нанотехнологий, для научных исследований и разработок во многих областях, в том числе и в области гетерогенного катализа, а также в области разработки полупроводниковых приборов для электроники и фотоники.

Наконец рассмотрим применение просвечивающей электронной микроскопии. Если растровая электронная микроскопия может объяснить, как произошло разрушение в исследуемом материале изделия, как металлическая поверхность детали откликается на термopластическое воздействие внешней среды, то просвечивающая электронная микроскопия может объяснить, почему это происходит, как этому способствует структурно-фазовое состояние материала.

Метод просвечивающей электронной микроскопии позволяет изучать внутреннюю структуру исследуемых металлов и сплавов, в частности:

- ◆ определять тип и параметры кристаллической решетки матрицы и фаз;
- ◆ определять ориентационные соотношения между фазой и матрицей;
- ◆ изучать строение границ зерен;
- ◆ определять кристаллографическую ориентацию отдельных зерен, субзерен;

- ◆ определять углы разориентировки между зернами, субзернами;
- ◆ определять плоскости залегания дефектов кристаллического строения;
- ◆ изучать плотность и распределение дислокаций в материалах изделий;
- ◆ изучать процессы структурных и фазовых превращений в сплавах;
- ◆ изучать влияние на структуру конструкционных материалов технологических факторов (прокатки,ковки, шлифовки, сварки и т. д.).

Все перечисленные выше задачи постоянно встречаются в практической деятельности исследователей металлов и сплавов. Главной из них является задача выбора материала конструкций с заданными механическими свойствами, такими, чтобы готовая конструкция смогла стабильно работать в условиях дальнейшей ее эксплуатации. Эту задачу можно решить только совместными усилиями кристаллографов, металлосведов и технологов. Успех ее решения зависит:

- ◆ от правильного выбора металла основы с нужным типом кристаллической решетки (ОЦК, ГЦК) – это область кристаллографии;
- ◆ от легирования и термопластической обработки металла с целью формирования в нем заданной структуры – это область металлосведения;
- ◆ от разработки технологических процессов изготовления конструкции – это область технологии.

Задача создания сплава с заданными механическими свойствами подразумевает создание материала с нужной внутренней структурой, поскольку практически все механические свойства являются структурно-чувствительными. Все без исключения изменения свойств металлов и сплавов в глубинных или поверхностных слоях – это отклик на изменение их внутреннего строения на макро-, микро- и наноскопическом уровнях.

Изучение микрофотографии поверхности и внутренней структуры конструкционных материалов является одним из наиболее эффективных приложений мощных современных и быстро развивающихся методов растровой и просвечивающей электронной микроскопии.

1.4. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

1.4.1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Принцип действия основан на использовании некоторых эффектов, возникающих при облучении поверхности объектов тонко сфокусированным пучком электронов – зондом. Как показано на рис. 1.10, в результате взаимодействия электронов 1 с образцом (веществом) 2 генерируются различные сигналы. Основными из них являются поток электронов: отраженных 3, вторичных 4, Оже-электронов 5, поглощенных 6, прошедших через образец 7, а также излучений: катодолумinesцентного 8 и рентгеновского 9.

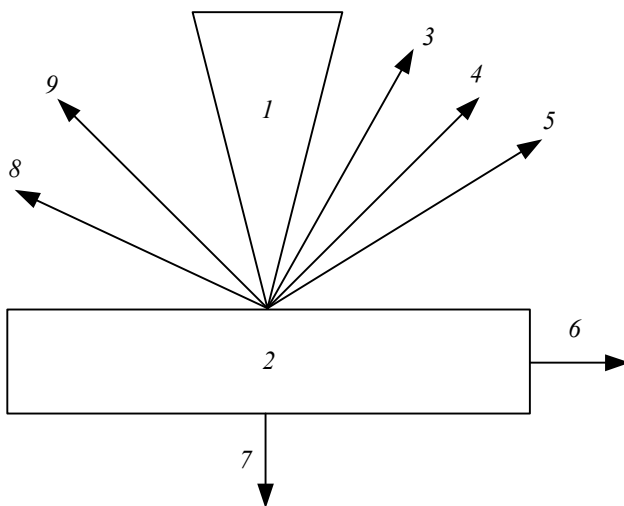


Рис. 1.10. Эффекты взаимодействия электронного луча с объектом:
1 – электронный луч; 2 – объект; 3 – отраженные электроны;
4 – вторичные электроны; 5 – Оже-электроны; 6 – ток поглощенных электронов;
7 – прошедшие электроны; 8 – катодолумinesцентное излучение;
9 – рентгеновское излучение

Для получения изображения поверхности образца используют вторичные, отраженные и поглощенные электроны. Остальные излучения применяются в РЭМ как дополнительные источники информации.

Важнейшей характеристикой любого микроскопа является его разрешающая способность. Она определяется:

- 1) площадью сечения или диаметром зонда;
- 2) контрастом, создаваемым образцом и детекторной системой;
- 3) областью генерации сигнала в образце.

Диаметр зонда в основном зависит от конструктивных особенностей и качества узлов микроскопа и прежде всего электронной оптики. В современных РЭМ достигнуто высокое совершенство компонентов конструкции, что позволило уменьшить диаметр зонда до 5–10 нм.

Влияние контраста на разрешающую способность проявляется в следующем. Формирование контраста в РЭМ определяется разностью детектируемых сигналов от соседних участков образца: чем она больше, тем выше контраст изображения. Контраст зависит от нескольких факторов: топографии поверхности, химического состава объекта, поверхностных локальных магнитных и электрических полей, кристаллографической ориентации элементов структуры. Важнейшими из них являются топографический, зависящий от неровностей поверхности образца, а также композиционный, зависящий от химического состава. Уровень контраста определяется также и эффективностью преобразования падающего на детектор излучения, которое создает сигнал на его выходе. Если получаемый в итоге контраст недостаточен, то его можно повысить, увеличив ток зонда. Однако большой поток электронов в силу особенностей электронной оптики не может быть хорошо сфокусирован, т. е. диаметр зонда возрастет и соответственно снизится разрешающая способность.

Другой фактор, ограничивающий разрешение, зависит от размеров области генерации сигнала в образце. Схема генерации различных излучений при воздействии электронного пучка на образец представлена на рис. 1.11. При проникновении первичных электронов в образец они рассеиваются во всех направлениях, поэтому внутри образца происходит расширение пучка электронов. Участок образца, в котором первичные электроны тормозятся до энергии $E = 0$, имеет грушевидную форму. Боковое расширение электронного пучка в образце в этом случае имеет величину от 1 до 2 мкм, даже когда зонд имеет диаметр 10 нм. Расхождение электронов приводит к тому, что площадь выхода на поверхность образца электронов будет больше фокуса электронного пучка.

В связи с этим процессы рассеивания электронов внутри образца оказывают большое влияние на разрешающую способность изображений, получаемых в отраженных, вторичных и поглощенных электронах.

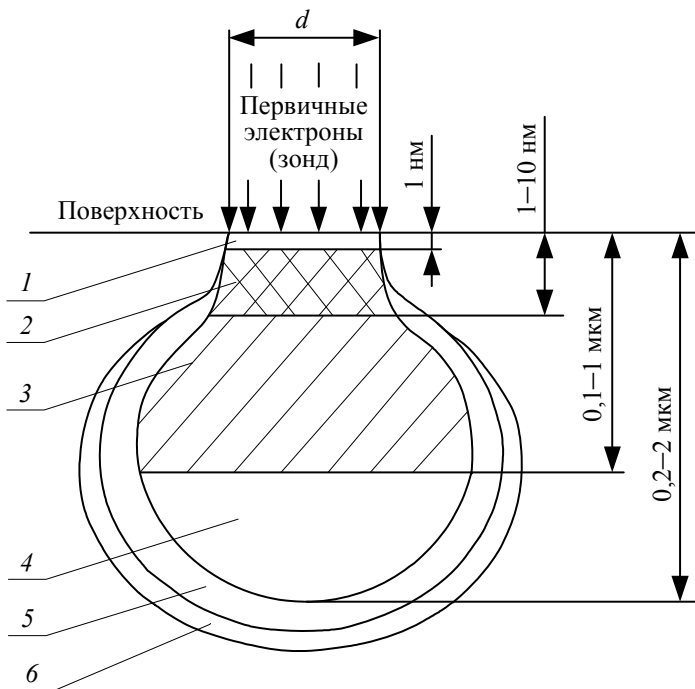


Рис. 1.11. Области сигналов и пространственное разрешение при облучении поверхности объекта потоком электронов (зонд). Области генерации:
 1 – Оже-электронов; 2 – вторичных электронов; 3 – отраженных электронов;
 4 – характеристического рентгеновского излучения; 5 – тормозного рентгеновского излучения; 6 – флюоресценции

Отраженные электроны. Они образуются при рассеивании первичных электронов на большие (до 90°) углы в результате однократного упругого рассеивания или в результате многократного рассеивания на малые углы. В конечном итоге первичные электроны, испытав ряд взаимодействий с атомами образца и теряя при этом энергию, изменяют траекторию своего движения и покидают поверхность образца. Размеры области генерации отраженных электронов (см. рис. 1.11) значительны и зависят от длины пробега

электронов в материале образца. Протяженность области возрастает с увеличением ускоряющего первичные электроны напряжения и уменьшения среднего атомного номера Z элементов, входящих в состав образца. Протяженность области может изменяться от 0,1 до 1 мкм. Электроны, потерявшие в процессе отражения часть энергии, покидают образец на относительно больших расстояниях от места падения электронного зонда. Соответственно сечение, с которого получают сигнал (см. рис. 1.11), будет существенно больше сечения зонда. Поэтому разрешение РЭМ в режиме регистрации отраженных электронов небольшое и изменяется от десятков нанометров при работе с невысокими ускоряющими напряжениями и тяжелыми материалами до сотен нанометров при работе с большими ускоряющими напряжениями и легкими материалами. Важной особенностью эмиссии отраженных электронов является ее зависимость от атомного номера элементов. Если атомный номер атомов материала в точке падения первичного пучка электронов мал (легкие атомы), то образуется меньшее количество отраженных электронов с малым запасом энергии. В областях образца, содержащих высокую концентрацию атомов с большим атомным номером (тяжелые атомы), большее число электронов отражается от этих атомов и на меньшей глубине в образце, поэтому потери энергии при их движении к поверхности меньше. Эти закономерности используются при получении изображений в отраженных электронах.

Вторичные электроны. Первичные электроны, проникающие в образец, взаимодействуют с электронами внешних оболочек атомов объекта, передавая им часть своей энергии. Происходит ионизация атомов образца, а высвобождающиеся в этом случае электроны могут покинуть образец и быть выявлены в виде вторичных электронов. Они характеризуются очень малой энергией (до 50 эВ) и поэтому выходят из участков образца очень близких к поверхности (см. рис. 1.11). Глубина слоя, дающего вторичные электроны, составляет 1–10 нм. В пределах этого слоя рассеивание электронов пренебрежимо мало, поэтому при получении изображений во вторичных электронах разрешающая способность определяется прежде всего диаметром первичного зонда. Вторичные электроны обеспечивают максимальную в сравнении с другими сигналами разрешающую способность порядка 5–10 нм. Поэтому они являются в РЭМ главным источником информации для получения изображения поверхности объекта, и именно для этого случая приво-

дятся паспортные характеристики прибора. Количество образующихся вторичных электронов слабо зависит от атомного номера элемента. Основным параметром, определяющим выход вторичных электронов, является угол падения пучка первичных электронов на поверхность объекта. Таким образом, вариации наклона микроучастков поверхности вызывают резко выраженные изменения в выходе вторичных электронов. Этот эффект используется для получения информации о топографии поверхности. С целью увеличения эмиссии вторичных электронов часто образец устанавливается под углом к оси зонда. При этом будет ухудшаться резкость изображения – размытее по краям. Для ее исправления в РЭМ предусмотрена система компенсации угла наклона. Метод наклона образца применяют при исследовании плоских объектов (металлографических шлифов и др.). Для образцов с сильно развитым рельефом полностью провести коррекцию угла наклона не удастся.

Поглощенные электроны. При воздействии зонда часть генерируемых электронов остается в объеме образца (см. рис. 1.11). Так, при энергиях первичного пучка 10–20 кэВ примерно 50% от общего числа образующихся вторичных и отраженных электронов достигают поверхности образца и покидают ее. Оставшиеся электроны образуют ток поглощенных электронов (см. рис. 1.10). Его величина равна разности между током зонда и токами отраженных и вторичных электронов. Эта разность является сигналом для получения изображения, на которое оказывают влияние как топографический, так и композиционный эффекты.

Поглощенные электроны генерируются в большом объеме (см. рис. 1.11). Разрешающая способность при получении изображений в этом случае имеет такой же порядок, как и для отраженных электронов. Данный метод получения изображений используется редко из-за малой разрешающей способности.

1.4.2. УСТРОЙСТВО И РАБОТА РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Схема растрового электронного микроскопа приведена на рис. 1.12. Он состоит из следующих основных узлов: электронной пушки 1–3, эмиттирующей электроны; электроннооптической системы 4–10, формирующей электронный зонд и обеспечивающей его сканирование на поверхности образца 12; системы, формирующей изображение 11–17. РЭМ имеет вакуумную камеру, кото-

рая служит для создания необходимого разряжения ($\sim 10^{-3}$ Па) в рабочем объеме электронной пушки и электронно-оптической системы. Составными частями микроскопа являются механические узлы (шлюзы, гониометрический стол и т. д.), обеспечивающие установку и перемещение образца.

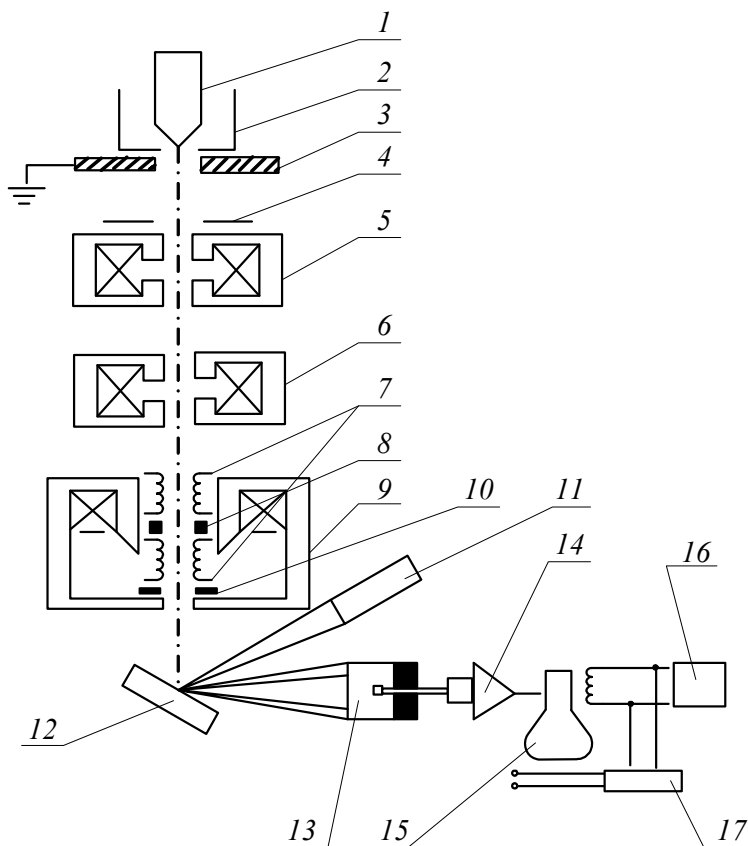


Рис. 1.12. Принципиальная схема растрового электронного микроскопа:

- 1 – катод; 2 – цилиндр Венельта; 3 – анод; 4, 10 – диафрагмы;
 5, 6, 9 – электромагнитные линзы; 7 – электромагнитная отклоняющая катушка;
 8 – стигматор; 11 – рентгеновский спектрометр; 12 – образец;
 13 – вторичные электроны; 14 – усилитель; 15 – электронно-лучевая трубка;
 16 – генератор развертки; 17 – блок управления увеличением

Электронная пушка состоит из катода 1, цилиндра Венельта 2 и анода 3. Обычно в качестве катода используется вольфрамовая

I-образная проволока, согнутая под углом, как это показано на рисунке. При нагреве катода прямым пропусканием тока происходит термоэмиссия электронов. Электроны ускоряются напряжением, приложенным между катодом и анодом, которое можно изменять от 1 до 50 кВ. Цилиндр Венельта имеет высокий отрицательный потенциал и служит для регулировки потока электронов. Пучок электронов от пушки проходит через три электромагнитные линзы 5, 6, 9. Фокусировка потока электронов осуществляется магнитным полем, имеющим осевую симметрию. Оно создается электромагнитной линзой, которая представляет собой соленоид. Магнитное поле возникает при пропускании электрического тока через обмотку соленоида, концентрируется с помощью так называемого полюсного наконечника и воздействует на проходящий через него поток электронов. Фокусное расстояние линзы можно плавно регулировать путем изменения силы тока в обмотке соленоида. В системе имеются две диафрагмы 4, 10, ограничивающие расходимость пучка электронов.

Несовершенства электронной оптики, как указывалось ранее, оказывают влияние на разрешающую способность микроскопа. К несовершенствам оптики относятся хроматическая, сферическая aberrации и астигматизм.

Хроматическая aberrация возникает из-за различной скорости (т. е. длины волны) электронов и изменении ее по времени, что приводит к непостоянству фокусных расстояний линз. Хроматическую aberrацию уменьшают путем стабилизации ускоряющего электроны напряжения и электрического тока в линзах.

Сферическая aberrация возникает вследствие того, что электроны проходят на различных угловых расстояниях от оптической оси линзы и поэтому по разному фокусируются. Сферическую aberrацию уменьшают наложением строгих ограничений на геометрию полюсных наконечников линз, увеличением ускоряющего напряжения и уменьшением диафрагмы. В этом случае поток формируется электронами, в меньшей степени отклоненными от оптической оси линзы.

Возникновение астигматизма связано с нарушением магнитной или геометрической симметрии линзы. Устранение асимметрии достигается обеспечением высокой геометрической точности изготовления полюсного наконечника линзы и введением специальной системы, называемой стигматором δ , который корректирует магнитное поле линзы, восстанавливая его симметрию.

Стигматор расположен в объективной линзе 9. Внутри нее также находятся две пары электромагнитных отклоняющих катушек 7, каждая из которых служит для отклонения зонда соответственно в x и y направлениях в плоскости, перпендикулярной оси потока электронов. Катушки соединены с генератором 16, обеспечивающим синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану электронно-лучевой трубки 15.

Образец 12 крепится на предметном столике, который может перемещаться в трех взаимно перпендикулярных направлениях, допускает наклон образца до 90° к электронно-оптической оси и вращение вокруг оси от 0 до 360° . Электронный пучок, сфокусированный на поверхности образца, вызывает появление отраженных, вторичных и поглощенных электронов, которые используются для получения изображения поверхности образца. Эти сигналы улавливаются специальными детекторами. На схеме РЭМ (см. рис. 1.12) представлен только один из возможного набора тип детектора, используемый для регистрации вторичных электронов 13. В детекторе поток электронов преобразуется в электрический сигнал (ток). После прохождения тока через усилитель 14 модулируется яркость экрана.

В качестве детектора вторичных электронов используется детектор Эверхарта–Торнли. Схема детектора представлена на рис. 1.13. Коллектор 1 имеет положительный потенциал, приблизительно $+250$ В, благодаря чему траектории вторичных электронов искривляются, и они попадают в коллектор. На первичные и отраженные электроны, имеющие высокие значения энергии, этот потенциал существенного влияния не оказывает.

Внутри коллектора электроны ускоряются. Для этого на сцинтиллятор 3 подается высокое напряжение порядка 12 кВ. Его влияние на электронный зонд экранируется корпусом коллектора. Вследствие ускорения вторичные электроны получают достаточную энергию, чтобы вызвать световое излучение материала сцинтиллятора, которое по световоду 2 попадает на фотоумножитель 4, где преобразуется в электрический сигнал. Мощность этого сигнала и, следовательно, яркость соответствующей точки на экране при использовании вторичных электронов определяется топографическим контрастом. Характерная особенность топографического контраста в РЭМ – повышенная яркость изображения острых вершин и выступов рельефа поверхности образца вызывается увеличением выхода электронов с этих участков.

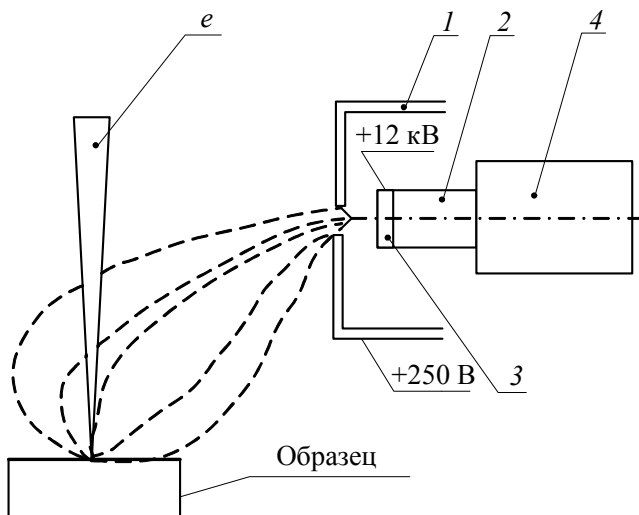


Рис. 1.13. Схема детектора эмиттированных электронов Эверхарта–Торнли:

1 – коллектор; 2 – световод; 3 – сцинтилятор; 4 – фотоумножитель

Большая разрешающая способность РЭМ при работе в режиме регистрации вторичных электронов служит причиной того, что именно он используется при изучении топографии поверхности (поверхность излома, протравленного шлифа и др.). При формировании изображения в режиме детектирования вторичных электронов возможно появление композиционного контраста. Однако он относительно невелик.

Для регистрации отраженных электронов могут использоваться различные типы детекторов, в том числе и детектор Эверхарта–Торнли, но с некоторым изменением. Это вызвано тем, что отраженные электроны имеют высокую энергию, движутся прямолинейно, не отклоняясь электрическим полем, в отличие от вторичных электронов. Поэтому нет необходимости использовать в детекторе высокие напряжения и, следовательно, коллектор. Эффективность сбора отраженных электронов зависит от угла наклона детектора к поверхности генерации электронов и расстояния между ними.

Получение изображения в отраженных электронах вызвано тем, что эмиссия этих электронов зависит от порядкового номера химического элемента. Поэтому, например, на плоской поверхности

образца участок материала с более высоким средним порядковым номером атомов отражает большее количество электронов. Он выглядит на экране более светлым относительно других участков образца. Полученный контраст называют композиционным.

Изображение в отраженных электронах позволяет определить количество фаз в материале, наблюдать микроструктуру материала без предварительного травления шлифа и др. Выявление структуры материала становится возможным, поскольку химический состав зерен в многокомпонентных системах отличается от химического состава их границ.

В том случае когда поверхность образца имеет ярко выраженные неровности, то дополнительно к композиционному возникает топографический контраст. Для разделения композиционного и топографического контрастов применяют два детектора отраженных электронов Эверхарта–Торнли.

На рис. 1.14 приведен пример разделения контрастов. В случае сложения сигналов детекторов D_1 и D_2 усиливается композиционный и устраняется топографический контраст. При вычитании сигналов аннулируется композиционный и усиливается топографический контраст.

При получении изображения в поглощенных электронах сигналом служит ток поглощенных электронов, который равен току первичных электронов за вычетом тока отраженных и вторичных электронов. В итоге он зависит от количества эмиттированных отраженных и вторичных электронов. Соответственно в сигнале присутствуют как композиционная, так и топографическая составляющая, причем они не разделяются.

При сканировании зонда по поверхности образца, имеющего химическую неоднородность и сильно выраженный рельеф, интенсивность сигнала будет меняться. Для улавливания сигнала не требуется специальный детектор. Его роль выполняет образец, в котором образуются поглощенные электроны. Поток поглощенных электронов только усиливается, а затем передается в блок изображения. Метод широко использовался в ранних конструкциях сканирующих микроскопов.

Сигналы, преобразованные детектором в электрический ток, после усиления служат для модулирования яркости точек на экране. Формирование изображения поверхности объекта на экране будет происходить следующим образом. С помощью отклоняющих катушек 7 (см. рис. 1.12) осуществляется сканирование тонко

сфокусированного зонда по поверхности образца. Оно проходит по линии. Совокупность параллельных линий (растр) дает представление о площади объекта. Генератор развертки 16, соединенный с отклоняющими катушками и монитором, обеспечивает синхронность передвижения электронного зонда по образцу и электронного луча по экрану. Благодаря этому каждая точка на образце соответствует определенной точке на экране. В свою очередь, яркость точки на экране определяется интенсивностью сигнала, поступающего от соответствующей точки образца.

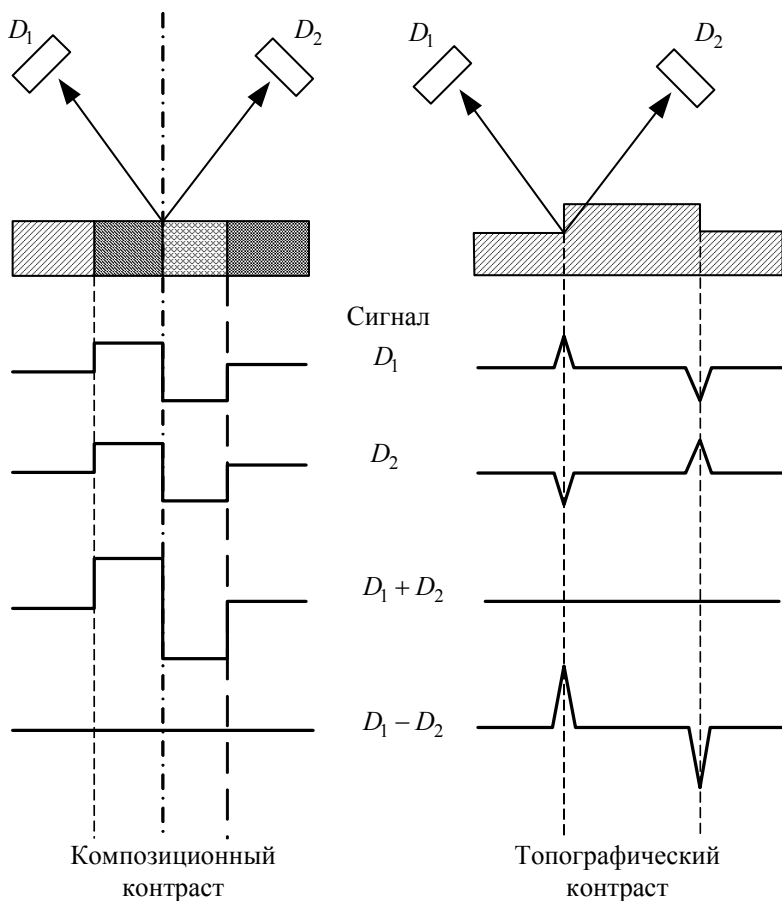


Рис. 1.14. Использование парного детектора (D_1, D_2) для разделения композиционного и топографического контрастов

Совокупность сигналов различной интенсивности создает контраст яркости (изображение) на экране трубки. Увеличение РЭМ определяется соотношением амплитуд развертки луча по экрану (L) и зонда по поверхности образца (l) и равно L/l . Так как максимальная длина развертки L на экране фиксирована, то повышение увеличения микроскопа достигается путем уменьшения l . Изменение амплитуды колебаний зонда задается с помощью блока управления увеличением 17 путем изменения тока в отклоняющих катушках. Обычно рабочий диапазон изменения увеличений, обеспечивающий высокую четкость изображения поверхности, составляет 10–50 000×. Увеличение, превышающее максимальное полезное увеличение микроскопа, обычно используется только для его фокусирования.

1.4.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

На РЭМ могут исследоваться как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию на РЭМ в общем осуществляется так же, как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритами камеры микроскопа. Образцы должны быть электропроводящими. Для обеспечения их хорошего электрического контакта с предметным столиком и для фиксации образцов при наклоне стола используют специальные токопроводящие клеи. При исследовании не проводящих ток материалов – диэлектриков на их поверхность наносится напылением тонкая пленка электропроводников – золото, графит и т. д. При работе с органическими материалами нужно учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение.

Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов

в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

1.4.4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РАСТРОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Электронный микроскоп позволяет:

1. Непосредственно исследовать большие площади поверхностей на массивных образцах и даже деталях в широком диапазоне увеличений от $10\times$ до $50\,000\times$ и выше с достаточно высоким разрешением. При этом не требуется, как для ПЭМ, выполнение сложных и длительных операций по изготовлению специальных объектов – реплик, прозрачных для электронного луча. Исключается возможность погрешностей вследствие деформации реплик при снятии их с объекта и под действием электронного луча.
2. На РЭМ можно исследовать общий характер структуры всей поверхности объекта при малых увеличениях и детально изучить любой интересующий исследователя участок при больших увеличениях. При этом отпадает необходимость в разработке специальных прицельных методов. Переход от малых увеличений к большим на РЭМ осуществляется быстро и просто. Возможность быстрого изменения увеличения в процессе работы микроскопа от $10\times$ до $50\,000\times$ позволяет легко устанавливать полезное увеличение. Оно определяется как $M_{\text{пол}} = 200 \text{ мкм}/d$, где d – диаметр соответствующего элемента изображения в мкм. Нужно также иметь в виду, что изображение будет точно сфокусировано, когда область зондирования пучком на образце меньше, чем размер элемента изображения.
3. РЭМ имеет большую глубину фокуса, что позволяет наблюдать объемное изображение структуры с возможностью ее количественной оценки. Создаются условия прямого изучения структуры поверхностей с сильно развитым рельефом, например изломов.
4. РЭМ обычно снабжен микроанализаторами химического состава, что позволяет получать более полную информацию о поверхности изделия.

1.5. ЗЕРКАЛЬНАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

1.5.1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ЗЕРКАЛЬНОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Неотъемлемым элементом любого ЗЭМ является электронное зеркало, которое играет двоякую роль. С одной стороны, это наиболее существенная часть электронной оптики прибора, иногда именуемого по этой причине просто электронным зеркалом. С другой стороны, зеркальный электрод – это и есть исследуемый образец. Он почти не бомбардируется электронами, так как находится под небольшим отрицательным потенциалом относительно катода электронной пушки, и электроны отражаются вблизи поверхности образца.

Электронные зеркала уже давно применяются в различных электронно-оптических приборах, а в последнее время появились разнообразные приставки и к электронным микроскопам, использующие две основные возможности электронных зеркал: получение зеркального электронно-оптического изображения (действительного или мнимого) любого объекта с одновременной фильтрацией по скоростям изображающего электронного пучка. Действительно, если потенциал отражающего электрода по отношению к потенциалу источника электронов равен $U_{\text{СМ}}$, то в формировании зеркального изображения будут участвовать лишь электроны с начальной энергией меньше 1 эВ/см (остальные будут поглощены электродом-отражателем).

Еще в 1959 г. Ю. В. Воробьев предложил использовать электронное зеркало в качестве фильтра для монохроматизации электронного пучка в эмиссионных электронных микроскопах, что позволяет в несколько раз улучшить разрешение прибора. Практическая реализация такой идеи показала, что разрешение эмиссионного микроскопа действительно улучшается. Авторы смонтировали в эмиссионном микроскопе электронное зеркало с магнитной призмой для разделения падающего и отраженного пучков (рис. 1.15). Аналогичное устройство применяется в анализаторах скоростей в просвечивающих электронных микроскопах и в магнитных спектрометрах (для уменьшения хроматической аберрации).

Электронные зеркала используются также в преобразователях изображения для превращения ионного изображения в электронное (под действием ионной бомбардировки люминесцентные экраны разрушаются), в электронно-оптических преобразователях, для фокусировки и модуляции пучков в электронных пушках (что позволяет улучшить разрешение и передачу градаций яркости в передающих и приемных телевизионных трубках) и в других приборах.

Первым исследованным электронным зеркалом была одиночная линза, которая фокусирует проходящий электронный пучок при малых отрицательных потенциалах среднего электрода, но с увеличением этого отрицательного потенциала превращается вначале в собирающее зеркало, а затем в рассеивающее. Большая хроматическая аберрация такой линзы не позволяет получить хорошее зеркальное изображение, поэтому обычно используются двух- или трехэлектродные зеркала, конструкция которых подобна разработанной впервые Хоттенротом, но вместо цилиндров чаще используются диафрагмы.

При исследовании электронно-оптических свойств таких зеркал Хоттенрот заметил, что геометрические неровности на поверхности электрода-отражателя сильно возмущают отражающийся вблизи нее электронный пучок, несущий изображение предмета (сетки). Это наблюдение и послужило толчком к развитию электронной зеркальной микроскопии, основная задача которой – изучение поверхностных структур: как геометрического рельефа поверхности твердого тела, так и различного рода поверхностных микрополей. Нужно отметить, что при исследовании образцов в ЗЭМ микрорельеф поверхности формально можно отнести также к категории микрополей, однако с той особенностью, что его существование и величина обусловлены внешним полем, ускоряющим электроны. Другие микрополя (p - n -переходы, доменные границы, магнитные и контактные неоднородности и др.) могут существовать и в отсутствие внешнего поля.

Изображение поверхностных неоднородностей формируется зеркальной электронно-оптической системой, конструкция которой чаще всего такая же, как и конструкция иммерсионного объектива в эмиссионных электронных микроскопах, поэтому иногда ЗЭМ рассматривают как квазиэмиссионную систему. Электронный пучок проходит через иммерсионный объектив дважды: к образцу и от него. Возможны два варианта хода пучков перед иммерсион-

ным объективом (показаны на рис. 1.15): либо ось отраженного пучка B_2 совпадает с осью освещающего B_1 (рис. 1.15, *a*), либо пучки разводятся магнитным полем, перпендикулярным к их осям (рис. 1.15, *б*). Прибор с разделением пучков более сложен, но в нем можно независимо воздействовать на освещающий и отраженный пучки.

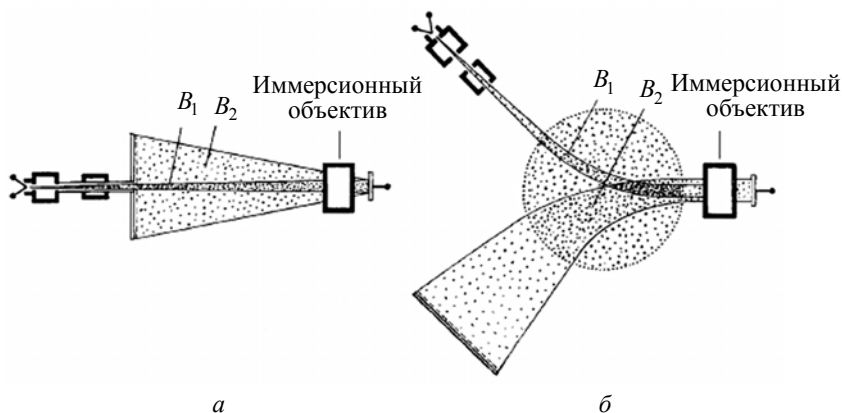


Рис. 1.15. Конструктивные варианты зеркальных микроскопов:
a – ось отраженного пучка B_2 совпадает с осью освещающего B_1 ;
б – пучки разводятся магнитным полем, перпендикулярным к их осям

1.5.2. КОНСТРУКЦИЯ ЗЕРКАЛЬНОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Используются два основных варианта ЗЭМ – «прямые» приборы, в которых оси освещающего и изображающего пучков совмещены, и приборы с разделением этих пучков (см. рис. 1.15). Вначале строились приборы с разделением пучков – первые лабораторные стеклянные модели Хоттенрота и Ортубера, микроскоп Барца с соавторами, обеспечивавший разрешение 1000 Å. Затем был построен Майером первый прибор прямой конструкции с длиннофокусной электронной пушкой и четырехэлектродным иммерсионным объективом, предложенным ранее Сетье для эмиссионных микроскопов. Геометрическое разрешение прибора было около 0,35 мкм.

Ряд лабораторных моделей прямых ЗЭМ был сконструирован и использовался для наблюдения доменной структуры сегнетоэлектриков и ферромагнетиков. В этих приборах впервые был применен пятиэлектродный иммерсионный объектив (образец + прикатодная диафрагма + одиночная трехэлектродная линза), который позволяет легко переходить от рассеивающего к собирающему режиму работы ЗЭМ. Характеристики объектива исследовались в работе [18].

Электронная пушка в нем юстируется относительно оси системы, конденсор – электростатический. В микроскопе использовался двух-, трех- или пятиэлектродный иммерсионный объектив (ускоряющее напряжение 0–50 кВ, вакуум до 10^{-6} мм рт. ст.). Внутривакуумное фотографирование используется и в более простом приборе.

Прямые ЗЭМ сконструированы Хейденрейхом с соавторами. Вначале использовалась стеклянная модель, а затем была создана металлическая конструкция. Применение зеркала, наклоненного под углом 45° к оси системы и находящегося под прозрачным люминесцентным экраном, позволило избежать масштабных искажений при внешнем фотографировании. Устройство для коррекции масштаба при фотографировании описано и в работе [18].

ЗЭМ прямой конструкции с ускоряющим напряжением до 10 кВ для исследования полупроводников построен Играсом. Образец заземлен, и температура его может варьироваться в интервале 77–1300 К.

В микроскопе с магнитными линзами, сконструированном Барнеттом и Никсоном, используется двухэлектродная зеркальная система (образец + диафрагма) с магнитной объективной линзой и двойной магнитный конденсор. Двухлинзовая проекционная система формирует бездисторсионное изображение в диапазоне увеличений от $25\times$ до $2500\times$. Аналогичный прибор JEM-MI разработан и с 1968 г. серийно выпускается фирмой «Jeol» (Япония). В отличие от JEM-MI, в приборе JEOL установлены трехэлектродный объектив (образец + промежуточный электрод + анод) и камера для внутривакуумного фотографирования на плоскую пленку. Ускоряющее напряжение – 15 или 35 кВ (стабильность его – $3\cdot 10^{-4}$ мин $^{-1}$), вакуум – $5\cdot 10^{-5}$ мм рт. ст., разрешение – около 1000 Å.

В приборах прямой конструкции нельзя получить сфокусированное изображение, а яркость «теневого» изображения при больших полезных увеличениях слишком мала. Поэтому в последнее

время вновь возрос интерес к микроскопам с разделением пучков. Майер, предложивший ЗЭМ прямой конструкции, построил затем прибор с полным углом разделения 30° . В нем катод электронной пушки заземлен, образец находится под малым отрицательным или положительным потенциалом, а колонна – под высоким положительным. Тем не менее прибор вполне безопасен в работе, так как все высоковольтные детали заключены в защитные экраны из оргстекла. Диафрагмы четырехэлектродного иммерсионного объектива юстируются с помощью прецизионных стеклянных трубок. Все напряжения стабилизированы. Прибор снабжен автоматической вакуумной системой, оборудован дистанционным управлением для перемещения держателя образца в трех перпендикулярных направлениях.

Микроскоп классической конструкции (с заземленной колонной) создан Шварце в ГДР. Для разделения пучков используется магнитная призма с малым астигматизмом даже при сравнительно больших углах отклонения (угол отклонения в приборе – $37,5^\circ$). Конденсорная и проекционная линзы – магнитные, длиннофокусные. Стабилизированное ускоряющее напряжение 6–36 кВ, вакуум порядка 10^{-5} мм рт. ст. Зеркальная система двух- или трехэлектродная (образец и диафрагмы). Максимальное увеличение $2100\times$ достигается при использовании двухэлектродного зеркального объектива с диафрагмой диаметром 1 мм, находящейся на расстоянии 2 мм от образца (проекционное увеличение также максимально). Максимальная напряженность поля у поверхности образца – 120 кВ/см. Разрешение микроскопа – не хуже 2000 \AA . Можно получать как «теневого», так и сфокусированные изображения поверхности образца.

В гораздо более сложном приборе Бока с разделением пучков изображающий электронный пучок проходит через четыре магнитные призмы, возвращающие его на оптическую ось. Увеличение сфокусированных или «теневого» изображений – от $250\times$ до $4000\times$. Применение четырех призм с последовательно включенными обмотками позволило практически свести к нулю хроматическую аберрацию, отклонения при стабильности тока почти на два порядка хуже, чем при использовании одной призмы. Астигматизм отклонения корректируется стигматором, смонтированным па последней линзе. Ускоряющее напряжение 0–30 кВ.

Несравненно проще «сферическое электронное зеркало». Так, например, в приборе Артамонова легко достигается большая напря-

женность тормозящего поля вблизи объекта (вплоть до 107 В/см) без возникновения пробоев, но в таком микроскопе можно получить лишь «теневые» изображения и притом с малым полем зрения (сравнительно большие искажения возникают уже на малых расстояниях от оптической оси). Такой ЗЭМ удобен как простой и доступный лабораторный прибор.

Микроскоп с разделением пучков для исследования полупроводников сконструирован Э. Играсом и Т. Варминьским и выпущен серийно в Польше. Основные параметры прибора: ускоряющее напряжение 10–25 кВ, рабочий вакуум 10^{-5} мм рт. ст., увеличение – до 2000×, разрешение – около 2000 Å; температуру образца можно менять от 77 до 600 К.

Универсальный ЗЭМ с разделением пучков, сконструированный Хейденрейхом, предназначен в основном для исследования микрополей и работает в проекционном (теневом) режиме, обеспечивающем максимальную чувствительность к полям. Большая камера образца дает возможность нагревать, охлаждать, деформировать, намагничивать образец, напылять на него тонкие пленки и очищать поверхность с помощью ионной пушки, пропускать регулируемый ток по поверхности образца. Ускоряющее напряжение 5–30 кВ, максимальное увеличение 3000×, разрешение – около 1000 Å.

В последнее время разрабатываются разнообразные комбинированные приборы, в том числе эмиссионно-зеркальные. Один из первых микроскопов такого рода построен в Чехословакии. Он дает возможность получать термо-, фото-, автоэмиссионные и зеркальные изображения массивных объектов. Аналогичный универсальный прибор был сконструирован в СССР на базе просвечивающего электронного микроскопа ЭМ-7. В приборе используется пятиэлектродный иммерсионный объектив и ионная пушка для получения вторично-эмиссионных изображений. Авторам удалось зафиксировать рекордное разрешение 800 Å на зеркальном изображении пленки золота.

Сложный лабораторный комбинированный прибор, разработанный Никсоном с сотрудниками, можно использовать как просвечивающий микроскоп, электронограф, эмиссионный или зеркальный микроскопы.

Новый прибор, представляющий собой комбинацию зеркального микроскопа с электронографами для быстрых и медленных электронов, разрабатывается во Франции. Вакуум в этом приборе

порядка 10^{-10} мм рт. ст., точность измерений поверхностных потенциалов – до 0,1 мВ, локальность – около 10 мкм. Прибор состоит из электронной пушки, отклоняющей магнитной призмы и двух электронных зеркал, одно из которых предназначено для сужения энергетического спектра отраженных электронов (примерно в два раза), а второе – для измерения локальных потенциалов на поверхности образца – отражателя этого зеркала.

Ведутся эксперименты с системой, состоящей из трех зеркал и магнитной призмы, обеспечивающей возвращение монохроматизированного (после трех отражений) электронного пучка на первоначальную ось. Интенсивно разрабатываются в последние годы также растрово-зеркальные микроскопы, которые, обладая всеми достоинствами растровых электронных микроскопов (РЭМ), гораздо более чувствительны к поверхностным микрополям, чем обычные РЭМ. Некоторые из разработанных приборов могут работать и как обычные зеркальные микроскопы, в которых изображение формируется одновременно, а не поэлементно.

1.5.3. ВИДЫ ОТОБРАЖЕНИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ

Отображение геометрического рельефа и электрических микрополей. Рельеф поверхности или электрические микрополя на электроде-отражателе искажают плоские эквипотенциальные поверхности однородного тормозящего поля иммерсионного объекта, что приводит к модуляции по скоростям и по плотности отражающегося электронного пучка (рис. 1.16). Поскольку выпуклая эквипотенциальная поверхность в тормозящем поле действует на электроны так же, как рассеивающее зеркало на световой пучок, «бугорок» на поверхности образца будет отображаться на экране ЗЭМ (в теневом рассеивающем режиме) в виде темного пятна со светлой окантовкой, в то время как «впадина» или положительно заряженный участок поверхности будет фокусировать электронный пучок, и на экране появится светлое пятно. Тонкая структура становится заметной только при отражении электронов на малом расстоянии от поверхности образца. Если должны не только наблюдаться, но и интерпретироваться тонкие детали, то нужно позаботиться о том, чтобы они не перекрывались грубой структурой, т. е. поверхность должна быть хорошо отполирована. Если менять напряжение смещения, нельзя одновременно получить «резкое»

отображение (острие каустики в плоскости экрана) мелких и грубых деталей рельефа. В то время как светооптическое изображение «двухмерно» (малая глубина резкости), ЗЭМ дает «пространственное» изображение рельефа, так как электронно-оптический показатель преломления $\eta \sim C/1/3$ меняется плавно.

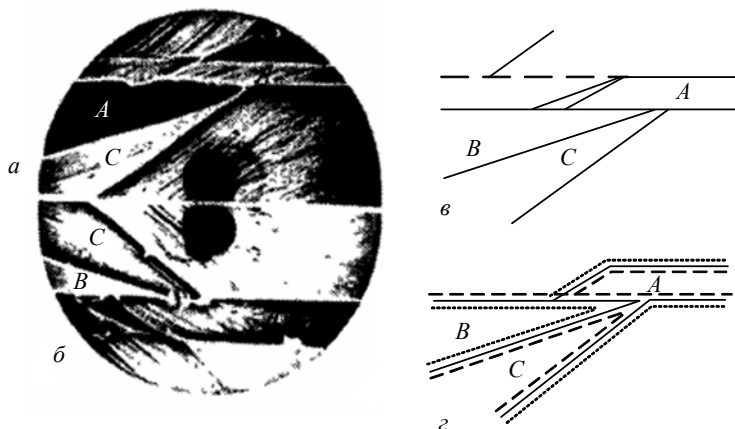


Рис. 1.16. Отображение ступенек скола на NaCl:
a, б – электронно-зеркальное изображение соответствующих поверхностей скола; *в* – светооптическое изображение; *г* – схема смещения зеркального изображения ступенек (штриховая линия) относительно, светооптического изображения (сплошные линии)

Несмотря на большое сходство формирования изображения электрических микрополей и геометрического рельефа, существует важное для практических применений различие между ними: «геометрический» контраст улучшается с ростом напряженности E_x тормозящего поля, а «электрический» ослабевает.

Несколько иной подход к проблеме отображения потенциальных и геометрических рельефов в ЗЭМ, разрабатываемый в последние годы рядом исследователей, – это *метод спектральных характеристик*. Зеркальная электронно-оптическая система рассматривается как некоторый фильтр, обеспечивающий более или менее искаженную передачу спектра пространственных частот на образце, аналогично тому, как обычный радиотехнический фильтр пропускает ту или иную полосу временных частот. Поэтому определение чувствительности и контраста изображения, созданного

зеркальной электронно-оптической системой, сводится к нахождению ее спектра пропускания, а точнее – к нахождению ее частотно-контрастной (спектральной) характеристики.

Процесс формирования изображения, рассматриваемый с точки зрения передачи информации о структуре образца, можно разбить на три стадии:

- 1) модуляция носителей информации (электронов) изучаемой структурой;
- 2) перенос информации;
- 3) демодуляция.

В эмиссионном микроскопе с апертурной диафрагмой и в ЗЭМ со сфокусированным изображением демодуляция осуществляется срезанием отклоненных электронов краем диафрагмы, а в «теновом» ЗЭМ она происходит одновременно с переносом информации: электронный пучок, модулированный по скоростям исследуемым рельефом, перераспределяется по плотности. Оба вида демодуляции линейны лишь в узком диапазоне степени модуляции, причем теневое изображение – более чувствительный способ демодуляции. Спектральную характеристику в области ν_{\max} можно использовать только для очень грубых оценок, так как в этой области (при фиксированной амплитуде гармоник распределения потенциала) не выполняется условие малости микрополя, благодаря которому можно линеаризовать уравнения движения электрона и получить зависимость. Именно поэтому в работах спектральная характеристика строится лишь в узком диапазоне частот.

Вследствие весьма существенной нелинейности зеркальной системы ход спектральной характеристики отличается для положительных и отрицательных участков потенциального рельефа (сдвиг изображения в сторону более положительных участков – см. выше), поэтому приходится строить усредненную спектральную характеристику, что, конечно, снижает достоинства рассматриваемого метода. Тем не менее экспериментальная проверка расчетных значений спектральной характеристики, проведенная Артамоновым с соавторами, показала вполне удовлетворительное совпадение теоретических и опытных данных.

Таким образом, реальную зеркальную электронно-оптическую систему можно также (с некоторыми допущениями) рассматривать как квазилинейный фильтр пространственных частот с ограниченной полосой пропускания (сильный завал высоких и низких частот).

Отображение магнитных микрополей. Путем сравнения с порошковыми фигурами было показано, что светлые участки на электронно-зеркальном изображении соответствуют местам с максимальным градиентом магнитного поля. В дальнейшем исследовании с помощью ЗЭМ магнитных микрополей различного происхождения – доменных структур, полей звукозаписывающих устройств, полей записи на магнитофонных лентах, искусственных образцов с подмагничиванием – продолжил Майер. Он одним из первых дал качественный анализ проблемы «магнитного контраста» в ЗЭМ (расшифровка такого контраста сложнее, чем электрического) и описал некоторые признаки, позволяющие отличать изображения магнитных микрополей от изображения геометрического и электрического рельефа:

- 1) чувствительность ЗЭМ к магнитным полям увеличивается с удалением от электрического центра (центра области попадания электронов при положительном U);
- 2) если перемещать образец, то контраст изображения магнитной структуры меняется на обратный при прохождении электрического центра;
- 3) под воздействием магнитного микрополя смещается пятно вторичной эмиссии;
- 4) радиальные магнитные структуры отображаются с бóльшим контрастом, чем протяженные в азимутальном направлении.

1.5.4. РАЗРЕШЕНИЕ И ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ

Строгое решение задачи о предельном разрешении δ зеркального микроскопа может быть получено только с позиций волновой механики, так как в точке поворота дебройлевская длина волны $\lambda > \infty$. Грубую оценку δ можно получить квазиклассическим методом из соотношения неопределенностей Гейзенберга. Например, для периодического распределения потенциала на образце (пространственный период $2\pi a$ по x и по y):

$$\begin{aligned}\Psi_0 &= \frac{1}{2} \exp\left(-\frac{Z}{a} - 1\right) (\cos(x/a) + \cos(y/a)) = \\ &= \frac{1}{2} \exp(-(Z+1)) (\cos X + \cos Y),\end{aligned}$$

тогда приращение тангенциальной скорости равно:

$$\Delta\left(\frac{dX}{dt}\right) = 2 \int_{Z_0}^{\infty} \frac{\partial \Psi_0}{\partial X} \Big|_{X_e} \frac{dZ}{(2(Z-Z_0))^{1/2}} = -\left(\frac{\pi}{2}\right)^{1/2} \exp(-Z_0 - 1) \sin X_e,$$

где $X = x/a$; $Z = z/a$; a – характерная длина; $\Psi = \psi/(aE_\infty)$; ψ – потенциал, учитывающий возмущение на поверхности образца; E_∞ – напряженность асимптотически однородного поля объектива; Ψ_0 – Ψ для невозмущенного поля; Z_0 – координата поверхности нулевого полного потенциала для невозмущенного поля; t – время.

«Картина» поверхности образца появляется в том случае, если отклонение Δs отображающих электронов не меньше протяженности области возмущения. При $E_\infty = 100$ кВ/см минимальный разрешаемый пространственный период равняется 40 \AA . По более точной оценке Вискотта, примерно $\sim 70 \text{ \AA}$.

Анализ проблемы предельного разрешения идеализированного ЗЭМ без учета геометрически-оптических ограничений проведен Вискоттом. При $E_\infty = 100$ кВ/см в идеальном ЗЭМ должна разрешаться структура с периодом около 70 \AA , а в протонном зеркальном микроскопе – 6 \AA . Следует отметить своеобразную «анизотропию» разрешающей способности ЗЭМ. Прибор различает «ступеньки» очень малой высоты. Таким образом, в идеальном ЗЭМ при достаточно большой напряженности тормозящего поля $E_{\text{тп}}$ можно путем подбора соответствующего напряжения смещения обнаружить геометрические «ступеньки» на поверхности образца высотой в несколько ангстрем (без резкого ухудшения поперечного разрешения) или синусоидальное распределение потенциала с амплитудой в несколько милливольт. «Анизотропная» разрешающая способность зеркального микроскопа была подтверждена экспериментально: Барц, Вейссенберг и Вискотт получили изображение решетки с глубиной штрихов 25 \AA в приборе с поперечным разрешением около 1000 \AA , а Майер наблюдал ступеньку скола по поверхности монокристалла стеарата бария высотой $24,4 \text{ \AA}$. Электронно-зеркальный интерферометр дает возможность измерять высоту ступенек с точностью до $0,05 \text{ \AA}$.

Разброс энергий освещающего электронного пучка ухудшает разрешение: при использовании вольфрамового катода реально достижимое δ примерно равно $120\text{--}150 \text{ \AA}$. Сильно ограничивает предельное разрешение изображения с достаточным полем зрения расходимость первичного пучка, обусловленная линейными размерами источника и влиянием отверстия в анодной диафрагме.

1.5.5. ПРИМЕНЕНИЕ ЗЭМ

Исследование контактных полей и полупроводников. Первой работой по исследованию контактных полей была работа Ортубера, который наблюдал «поля пятен» – контактные поля между никелевой подложкой и слоями Ва или ВаО. Он же сконструировал первый фотопреобразователь: световое изображение создавало потенциальный рельеф на полупроводниковом слое PbS; считывание рельефа производилось с помощью ЗЭМ. Аналогичный фотопреобразователь создан на основе Se–Bi. С помощью ЗЭМ проводилось изучение «полей пятен» различной природы. В частности, в широком температурном интервале изучались «поля пятен» на вторичных эмиттерах и влияние этих полей на распределение по скоростям вторичных электронов; исследовались оксидные и Л-катоды. Электронно-зеркальные изображения сопоставлялись с термо- и фотоэмиссионными. Применение комбинированного эмиссионно-зеркального микроскопа дает возможность количественно оценивать распределение работы выхода по поверхности «пятнистых» эмиттеров.

Исследования диэлектриков. Идеальные изоляторы изучать в обычном ЗЭМ нельзя, так как поверхность образца быстро заряжается электронным пучком. Поэтому массивные образцы с удельным сопротивлением $3 \cdot 10^8$ Ом/см обычно предварительно покрывают тонкой пленкой металла или полупроводника с достаточной для стекания заряда поверхностной проводимостью, хотя в отдельных случаях удается стабилизировать потенциал поверхности исследуемого диэлектрика выравниванием электронного и ионного токов на образец, т. е. соответствующим подбором напряжения смещения.

Визуализация измерения магнитных полей. Большое количество работ посвящено визуализации и измерению магнитных полей с помощью ЗЭМ. После исследований Майера, в которых показана возможность получать с помощью ЗЭМ изображения магнитных полей, а также сделаны первые попытки количественных оценок этих полей, была разработана, в первом приближении, теория контраста изображений магнитных полей в ЗЭМ, и этот прибор в настоящее время используется не только как «микроскоп-вольтметр», но и в качестве «гауссметра».

Визуализировалась доменная структура различных ферромагнетиков и были сделаны попытки измерения распределения магнитного поля внутри доменных границ, но разрешение использовавшихся ЗЭМ было недостаточным, а теоретическое обоснование метода расчета поля по изображениям еще отсутствовало. Во многих работах изучались поля магнитных головок различных типов, причем использовались описанные выше методы решения обратной задачи о контрасте изображений магнитных микрополей, что дало возможность измерять распределение магнитного поля над зазором головок.

1.6. РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

1.6.1. ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

Под рентгеноспектральным микроанализом понимают определение элементного состава микрообъемов по возбуждаемому в них характеристическому рентгеновскому излучению. Рентгеноспектральный микроанализ основан на тех же принципах, что и «обычный» эмиссионный рентгеноспектральный анализ. Для анализа характеристического спектра в рентгеноспектральном микроанализаторе (РСМА) также используют два типа спектрометров (бескристалльный либо с кристаллом-анализатором). Отличие РСМА в том, что возбуждение первичного излучения осуществляется в сравнительно малых объемах образца очень узким электронным зондом, подобным используемому в РЭМ. Поэтому базой для рентгеновского микроанализа служит электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа.

При взаимодействии электронного зонда с образцом одним из возможных возбуждаемых сигналов является рентгеновское излучение, которое можно разделить на тормозное и характеристическое.

Тормозное рентгеновское излучение возникает вследствие торможения первичных электронов в электрическом (кулоновском) поле атомов анализируемого материала. Кинетическая энергия первичных электронов в этом случае частично или полностью преобразуется в энергию рентгеновского излучения. Соответственно излучение имеет непрерывный спектр с энергией от нуля до

энергии падающего электрона, поэтому его еще называют непрерывным рентгеновским излучением. При рентгеноспектральном микроанализе тормозное излучение нежелательно, так как вносит основной вклад в увеличение уровня фона и не может быть исключено. Это вызывает необходимость оптимизации условий возбуждения излучения для получения наиболее высокого соотношения сигнал/фон и, следовательно, увеличения чувствительности прибора.

При проникновении первичных электронов в образец они тормозятся не только электрическим полем атомов, но и непосредственным столкновением с электронами атомов материала. В результате этого первичные электроны могут выбивать электроны с внутренних K -, L - или M -оболочек, оставляя атом образца в энергетически возбужденном состоянии. Образующиеся вакансии заполняются переходами электронов с более высоких энергетических уровней. Атом переходит в основное состояние, избыточная энергия выделяется в виде кванта рентгеновского излучения.

Поскольку энергия возникающего кванта зависит только от энергии участвующих в процессе электронных уровней, а они являются характерными для каждого элемента, возникает характеристическое рентгеновское излучение. Так как каждый атом имеет вполне определенное конечное число уровней, между которыми возможны переходы только определенного типа, характеристическое рентгеновское излучение дает дискретный линейчатый спектр. В качестве примера фрагмент подобного спектра приведен на рис. 1.17. Рентгеновские линии, возникающие при переходах электронов на одноименную оболочку, составляют одну спектральную серию (K -, L -, M -серии).

По закону Мозли, для рентгеновских линий внутри одной серии существует прямая зависимость энергии излучения от атомного номера химического элемента:

$$E = p(Z - q)^2,$$

где E – энергия, Z – атомный номер эмиттирующего атома (p, q – константы).

Если можно определить энергии или длины волн эмиттированного спектра, то можно сделать выводы об элементах, содержащихся в образце. Это основа рентгеноспектрального анализа. Если по характеристическому спектру можно определить интен-

сивность линий участвующих элементов (как правило, α -линий) и измерить их интенсивность, то на этой основе можно выполнить количественный анализ элементов.

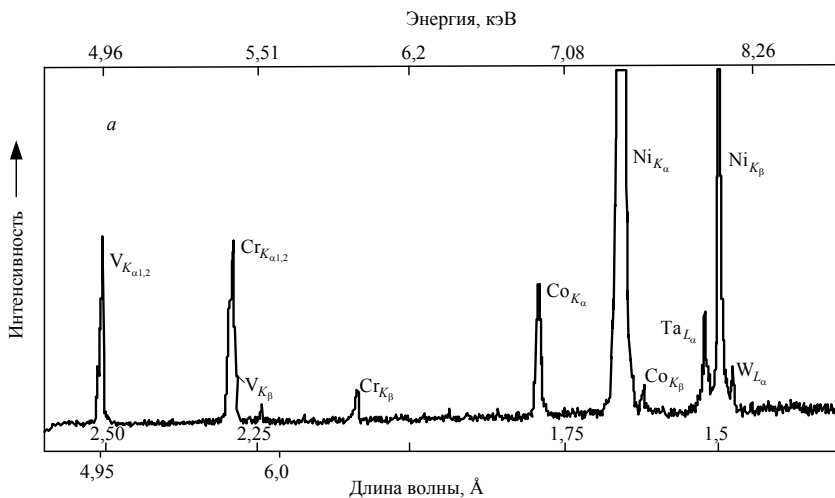


Рис. 1.17. Фрагмент спектра при рентгеноспектральном микроанализе

Количественный рентгеноспектральный анализ обычно проводится методом трех поправок (ZAF), предложенный Кастином. В основе метода лежит измерение в одинаковых условиях интенсивности рентгеновского излучения i -го элемента образца (J_i) и эталона известного состава, содержащего данный элемент ($J_{(i)}$), за вычетом величины интенсивности тормозного рентгеновского излучения – фона. Весовая концентрация C_i элемента i определяется как

$$C_i = (ZAF)_i J_i / J_{(i)} C_{(i)},$$

где $C_{(i)}$ – весовая доля элемента в эталоне; Z_i – поправка на разницу в среднем атомном номере между образцом и эталоном, обусловлена отражением и торможением электронов; A_i – поправка на поглощение рентгеновского излучения в образце, определяется энергией зонда, углом выхода рентгеновского излучения и массо-

вым коэффициентом поглощения для интересующего элемента в образце; F_i – поправка на флюоресценцию за счет вторичного возбуждения рентгеновского излучения элемента i излучением других элементов и тормозным излучением.

Для определения величин поправок используются различные методы расчета, которые отличаются различной степенью точности, границами применимости и продолжительностью операций. Современная аппаратура обычно имеет несколько вариантов программы расчета поправок.

1.6.2. УСТРОЙСТВО И РАБОТА РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

При проведении спектрального микроанализа в систему РЭМ (см. рис. 1.12) вводится рентгеновский спектрометр 11. Спектрометры могут быть различного типа. Если спектрометр определяет интенсивность излучения J как функцию длины волны l , то он относится к типу спектрометров волновой дисперсии, а когда представляет J как функцию энергии E , то является энергетическим дисперсионным спектрометром.

В спектрометрах волновой дисперсии (СВД) возбужденное в образце рентгеновское излучение попадает на кристалл-анализатор и «отражается» от него под разными углами q в зависимости от длины волны l в соответствии с законом Вульфа–Брэгга. Отраженное излучение регистрируется пропорциональным счетчиком. С помощью спектрометра можно определить элементы с порядковыми номерами от $Z = 4$ (Be) до $Z = 92$ (U). Это требует регистрации излучений с большим интервалом длин волн и соответственно применения легко заменяемого набора кристаллов.

Основой энергетического дисперсионного спектрометра (ЭДС) служит полупроводниковый детектор. Сигнал с детектора подается в многоканальный анализатор, который позволяет регистрировать и просматривать на экране монитора спектр, включающий пики от всех элементов, входящих в образец.

Большим преимуществом энергетических дисперсионных спектрометров является то, что энергия всех падающих квантов может быть обработана одновременно. В результате этого для снятия рентгеновского спектра требуется всего лишь несколько минут, в то время как при работе со спектрометрами волновой дисперсии

необходимо затратить на ту же операцию один или несколько часов. Недостатком ЭДС является примерно на порядок меньше энергетическое разрешение по сравнению с СВД и возможность идентифицировать элементы, начиная только с порядкового номера $Z = 11$ (Na).

1.6.3. ПОДГОТОВКА ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОСОБЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К НИМ

В общем случае подготовка для анализа металлических образцов не вызывает особых трудностей. Они подготавливаются как обычные металлографические шлифы с использованием шлифования и последующей полировки. Однако поверхность образцов должна быть совершенно плоской и не иметь рисок и рельефа. Наличие этих дефектов приводит к снижению точности определения концентрации элементов. По этой причине полировка должна выполняться исключительно механически с использованием алмазных паст. При подготовке шлифов нельзя использовать абразивные материалы, содержащие элементы, входящие в состав исследуемых материалов. Абразивные частицы могут внедряться в поверхность образца. Например, нельзя использовать традиционные абразивы – оксиды хрома, алюминия или карбид кремния, если в состав материала входят Cr, Al или Si.

Необходимо иметь в виду, что при заливке шлифов в сплав Вуда или другие мягкие композиции возможно их «намазывание» на поверхность образца.

Следует избегать электрополировки и химического травления, так как они могут привести к образованию рельефа и вызвать опасность обогащения или обеднения компонентов поверхности вследствие селективного травления. Для того чтобы отыскать требуемое место образца в рентгеноспектральном микроанализаторе, можно после полировки слабо протравить образец и отметить требуемые места отпечатками микротвердости. Затем образец нужно снова переполлировать до такой степени, когда травление исчезнет, а маркировка останется.

В том случае, когда при заливке шлифов использовалась пластмасса, она должна быть удалена с поверхности образца, так как под воздействием электронного луча она испаряется и загрязняет аппаратуру.

При анализе неэлектропроводящих объектов на поверхность шлифа напыляют электропроводящие материалы: углерод, алюминий, золото. Иногда для этих целей используют серебро. Чаще всего применяют углерод, так как он не образует оксидных пленок и дешев.

В любом случае исследуемый образец должен быть идеально чистым. Это требование относится как к растровой электронной микроскопии, так и к рентгеноспектральному микроанализу. Прежде всего нужно устранить контакт шлифованного участка образца с пальцами. Если выявится необходимость в дополнительной очистке поверхности образца, то для этого используют специальные промывочные средства, в том числе очистку с применением ультразвука.

1.6.4. ТЕХНИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

Рентгеноспектральным микроанализом не удастся определить в составе сплава легкие элементы с порядковым номером меньше 4. Возникают такие трудности и с выявлением элементов, когда на линии K -серии одного элемента накладываются линии L - или M -серии другого элемента.

Например, на линию K_L азота практически накладывается линия L_j титана. В этом случае прибор регистрирует суммарную интенсивность излучения, что приведет к ошибке в определении концентрации азота в сплаве.

Важной характеристикой рентгеноспектрального микроанализа является его локальность, т. е. объем вещества, в котором возбуждается характеристическое рентгеновское излучение. Он определяется в первую очередь диаметром электронного зонда на образце и зависит от ускоряющего напряжения и химического состава материала. Диаметр зонда обычно составляет 0,1 до 0,5 мкм. Для получения надежных результатов количественного анализа рекомендуется, чтобы исследуемый объект (фаза включения) имел размеры не менее 5 мкм.

Чувствительность метода (предел обнаружения) оценивается как доля элемента в массовых процентах, которая еще может быть выявлена в данной матрице. Она зависит от отношения интенсивности сигнала к уровню фона, т. е. от выбранной для анализа се-

рии рентгеновских линий, продолжительности измерений, величины ускоряющего напряжения и, в существенной мере, от химического состава матрицы. Наилучший вариант анализа, когда определяется содержание элемента с большим порядковым номером Z в матрице с малым Z . В целом можно считать, что для элементов с $Z > 10$ достигается предел обнаружения на уровне 0,01% (по массе) и ниже. Для элементов с меньшим значением Z он составляет только 0,1% (по массе).

Точность количественного анализа определяется инструментальными ошибками, а также точностью внесения поправок.

Ошибка, вносимая корректировочным расчетом поправок, представляет собой систематическую ошибку, которая остается постоянной. Инструментальные ошибки, возникающие непосредственно в процессе измерений, будут определять степень воспроизводимости анализа. В частности, на ошибки влияют следующие факторы: точность установки угла φ спектрометра, соответствующего максимуму интенсивности рентгеновского излучения; стабильность работы электроники; статистика импульсов; качество подготовки шлифа; процессы диффузии и испарения при электронной бомбардировке образца; наложение линий спектра; правильность установки уровня фона.

В зависимости от задач исследования можно осуществлять анализ материала в точке, сканированием вдоль выбранной линии или по площади участка микрошлифа. Анализ распределения элементов может быть выполнен в качественном, полуколичественном и количественном виде.

Количественный анализ осуществляется в точке. Для его проведения подбираются определенные условия, обеспечивающие высокую чувствительность и точность анализа.

При качественном анализе определяется тип элементов, входящих в состав исследуемого участка образца. Если образец имеет несколько фаз (участков), химический состав которых неизвестен, то выполняется качественный анализ каждой фазы.

Качественный анализ обычно используется для определения характера распределения элементов по площади шлифа. Это реализуется путем получения рентгеновского растрового изображения, аналогично формированию изображений во вторичных электронах РЭМ. В тот момент, когда сигнал, свидетельствующий о наличии того или иного элемента, поступает на кинескоп прибора, на экране появляется светлая точка. Плотность точек является

ориентировочной мерой концентрации исследуемого элемента. По этим данным можно приближенно судить о составе различных участков шлифа, в частности, о распределении элементов по границам зерен, составе вторых фаз и т. д. Следует иметь в виду, что малые количества элементов этим методом обнаружить нельзя, так как при сканировании продолжительность регистрации в каждой точке невелика, что приводит к ошибке счета. После качественного анализа часто проводят количественный анализ в отдельно выбранных точках. По полученным данным программное обеспечение позволяет определять тип фазы, исходя из ее химического состава.

Полуколичественный анализ реализуется, если требуется определить распределение элементов вдоль линий (линейный анализ). Он осуществляется сканированием поверхности образца электронным лучом в заданном направлении с одновременным получением на экране диаграммы изменения интенсивности рентгеновского излучения и, следовательно, концентрации анализируемого элемента. При использовании соответствующих эталонов можно задать масштаб концентрации, позволяющий полуколичественно оценить изменение концентрации. В современных микрозондах линейный анализ выполняется почти исключительно методом шагового сканирования, т. е. путем последовательного проведения анализа в отдельных точках. Таким образом, осуществляется количественное определение концентрации элементов с заданной точностью.

1.6.5. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗАТОРА

РСМА используется для исследования распределения компонентов и примесей в сталях и сплавах. Отличительной особенностью рентгеноспектрального микроанализа в сравнении с другими методами химического анализа, например такими, как спектральный эмиссионный анализ, лазерный спектральный анализ, является его высокая локальность. В этой связи применение РСМА оказалось весьма эффективным, а иногда и единственным способом при решении следующих задач:

- ◆ качественного и количественного анализа химического состава для идентификации различных фаз и включений;

- ◆ анализа распределения элементов с целью изучения дендритной ликвации, микросегрегаций и т. п.;
- ◆ определения толщины различных покрытий на изделиях, а также исследования диффузионных процессов, например при химико-термической обработке, спекании порошковых материалов и т. д.

В общем случае РСМА может быть использован для анализа металлов, стекол, керамики, различных композиционных материалов, а также широкого класса органических и биологических образцов.

2. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

2.1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель работы: изучение основ растровой электронной микроскопии, изучение конструкции и принципов работы прибора Zeiss Ultra 55, получение первого РЭМ-изображения, получение навыков обработки и представления экспериментальных результатов.

Задание по работе

1. Изучить на практике общую конструкцию прибора Zeiss Ultra 55, используя руководство пользователя и ресурсы сети Интернет (<http://nanotech.iu4.bmstu.ru>).
2. Изучить структуру проведения измерений на растровом электронном микроскопе.
3. Произвести подготовку образцов для сканирования и загрузку образцов и перевод микроскопа в рабочий режим.

Методические указания по выполнению работы

Изучение конструкции растрового электронного микроскопа Zeiss Ultra 55. Для исследований использовался растровый электронный микроскоп фирмы Zeiss модель Gemini Ultra 55. На рис. 2.1 представлен пульт управления микроскопом. Малый пульт с двумя джойстиком используется для управления 3-плоскостным

двухосевым предметным столиком. Клавиатурная часть используется для фокусировки, калибровки стигмы, запуска «качания» фокуса (в таком режиме фокус колеблется в обе стороны относительно какого-либо центрального значения), смещения по осям X и Y (при очень больших увеличениях, от $200\times$, использование джойстика невозможно, поэтому используются смещатели), изменения контраста и яркости, изменения значения увеличения, «заморозки» изображения и т. д.



Рис. 2.1. Средства управления растровым электронным микроскопом

На рис. 2.2 представлен держатель образцов с липкими зонами для крепления образцов малых размеров и разнообразных форм, также есть держатель пластин с винтовым креплением, основой является стандартный предметный держатель микроскопа.

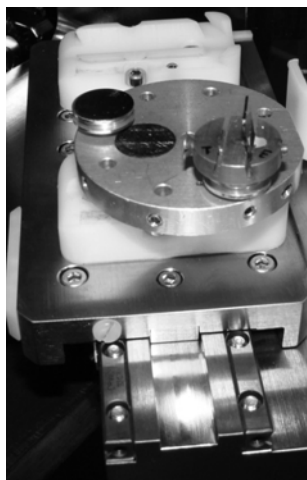


Рис. 2.2. Предметный столик с держателем образцов

На рис. 2.3 представлен общий вид колонны микроскопа. В верхней части расположена пушка, испускающая электроны, камера пушки имеет собственный шлюз для предотвращения разгерметизации. В средней части колонны расположены магнитные линзы и ускорители частиц, в ней также поддерживается высокий вакуум, но меньший по значению, нежели в камере пушки.

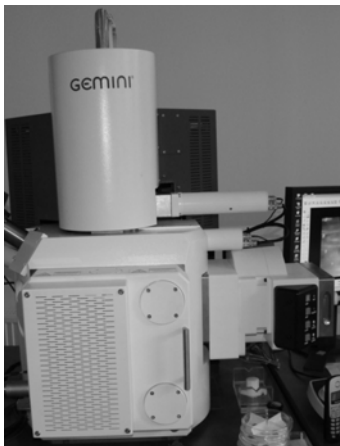


Рис. 2.3. Общий вид колонны микроскопа

На рис. 2.4 показана камера предварительной загрузки с загрузчиком. Эту камеру от основной отделяет специальный шлюз, открывающийся только после выравнивания давления в основной и предварительной камерах путем откачки воздуха и создания вакуума в последней.

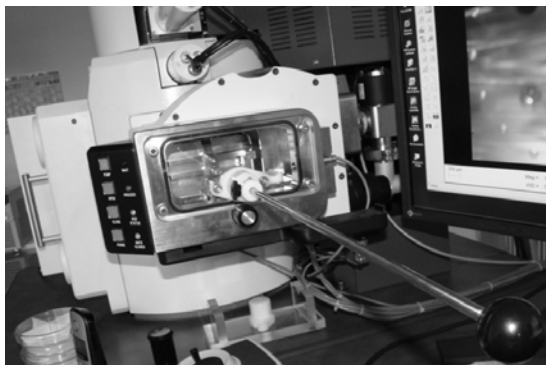


Рис. 2.4. Камера предварительной загрузки и загрузчик

На рис. 2.5 представлено устройство для рентгеноспектрального микроанализа вещества, исследуемого в микроскопе. Фирма-производитель – «Oxford Instruments». Поставляется со специальным программным обеспечением, согласующимся с программным обеспечением фирмы Zeiss. Для охлаждения используется элемент Пельтье.

В комплекте к оборудованию поставляются специальные сервера, на которых сохраняется вся информация о состоянии микроскопа, и управляющие блоки, которые преобразуют поступающую информацию в графический и текстовый вид.



Рис. 2.5. Рентгеноспектральный микроанализатор

Изучение структуры проведения измерений. Для начала необходимо запустить программное обеспечение, поставляемое вместе с оборудованием. После запуска всех необходимых сервисов и служб необходимо закрыть камеру испускателя заряженных частиц и запустить скрипт подвода предметного столика для установки исследуемого образца. После чего надо нажать кнопку *Pump* для создания вакуума в камере предварительной загрузки, аналогичного вакууму в основной камере. После того как загорится зеленая лампочка с надписью *Proceed*, нажатием кнопки *Open* открываем шлюз между основной и предварительной камерой. После чего, используя специальный загрузчик, необходимо извлечь предметный столик из основной камеры и перевести его в камеру предварительной загрузки в специальный держатель. Затем возвращаем загрузчик в исходное положение, чтобы лампочка *Rod*

status постоянно горела. После этого необходимо закрыть шлюз при помощи кнопки *Close*. Далее необходимо открыть камеру предварительной загрузки. Для этого надо нажать кнопку *Purge* на пульте управления камерой и открыть баллон со сжатым воздухом, чтобы было возможно открыть камеру. После открытия камеры баллон необходимо закрыть. Далее специальным пинцетом производится загрузка образцов. Образцы можно располагать либо на 8 маленьких, присоединяемых предметных столиках, поставляемых в комплекте, либо на основном столике с помощью липкой зоны. После чего закрываем камеру предварительной загрузки и нажимаем кнопку *Pump*. После создания вакуума в камере предварительной загрузки открываем шлюз, перемещаем предметный столик в основную камеру, фиксируем на специальном держателе, и затем, вернув загрузчик в исходное положение, закрываем шлюз. Запускаем скрипт, переводящий столик в положение для измерений, и отрываем камеру испускателя заряженных частиц. После чего с помощью пульта управления подводим столик на расстояние 4–5 мм от выхода испускателя, эти действия производятся с помощью внутренней видеокамеры, изображение с которой транслируется на мониторе. Далее выбирается режим снятия данных – InLens, SE2. Это два основных режима, предпочтительным является режим снятия отраженных частиц InLens, так как получаемое изображение отличается высокой четкостью и контрастностью. Режим SE2, получение данных по вторичному излучению, предпочтителен при исследовании пористых и зернистых структур, так как происходит снятие данных после прохождения заряженных частиц через некоторую толщину материала, но на результаты может повлиять эффект «груши», когда большое количество заряженных частиц проходит на разную глубину и вызывает разное вторичное излучение. Далее необходимо выбрать мощность ускоряющего напряжения, измеряемого в килоэлектрон-вольтах (кэВ). При исследовании диэлектрических структур используется низкое ускоряющее напряжение для предотвращения зарядания диэлектрика. Это напряжение составляет от 1 до 8 кэВ. Для исследования проводящих структур используется напряжение от 10 до 25 кэВ. Выбор напряжения производится в основном окне программного обеспечения. После этого запускается ускоряющее напряжение, образец помещается под испускатель, производится фокусировка линз, настройка стигмы и на экран, в режиме реального времени, начинает поступать информация, получаемая с образца.

Далее можно производить детальное изучение образца путем увеличения необходимой части. Суммарное увеличение может составлять 2,5 млн. раз. Предметный столик может перемещаться при помощи трех сервоприводов в трех основных направлениях и вращаться в двух плоскостях. В программе реализованы 12 скоростей получения данных, от самой быстрой и общей картины до наиболее качественной, которую можно получить в течение нескольких часов (1 кадр). Оптимальной скоростью для настройки фокуса и стигмы является 2–4 скорости. Для получения качественного изображения используются скорости с 6 по 8. На полученных изображениях можно произвести замер толщин, расстояний и прочих параметров с помощью встроенных утилит. Для проведения таких замеров изображение на экране можно «заморозить», т. е. на время остановить сбор данных и получить на экране неподвижное изображение.

Подготовка образцов к исследованию. На РЭМ могут исследоваться как шлифы, так и поверхности объектов без предварительной подготовки. Изготовление шлифов к исследованию в РЭМ в общем осуществляется так же, как и для светомикроскопического исследования. Однако есть и некоторые особенности. Большая глубина резкости изображения в РЭМ позволяет получать дополнительную информацию, проводя глубокое травление шлифов. В то же время при получении изображений в отраженных электронах шлифы травлению не подвергаются. Размеры образцов для РЭМ определяются габаритами предметного столика микроскопа. Образцы не обязательно должны быть электропроводящими, но тогда для сканирования необходимо меньшее ускоряющее напряжение, в пределах 5 кВ, в противном случае диэлектрик будет заряжаться, что отрицательно скажется на результатах сканирования. Для обеспечения надежного закрепления на предметном столике, для предотвращения смещения образца в процессе сканирования используются держатели образцов со специальным клейким покрытием, позволяющим надежно зафиксировать образец. В случае, когда происходит исследование сильных диэлектриков, на их поверхность наносится напылением тонкая пленка электропроводников – золото, графит и т. д. При работе с органическими материалами нужно учитывать, что при длительном контакте зонда с образцом возможно его термическое разрушение.

Перед испытанием образцы должны быть тщательно очищены, чтобы не образовывались газообразные продукты, затрудняющие

получение требуемого вакуума при откачке микроскопа и загрязняющие его колонну. Рекомендуется проводить очистку образцов в различных растворителях с использованием ультразвука. При проведении топографических исследований нельзя допускать окисления поверхностей излома.

Контрольные вопросы

1. Функциональный состав растрового электронного микроскопа.
2. Назначение отдельных составных частей микроскопа.
3. Методика проведения измерений.
4. Принцип работы растрового электронного микроскопа.
5. Особенности подготовки образцов для измерений.
6. Возможности растрового электронного микроскопа.

2.2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ

Цель работы: провести измерение образцов, подготовленных в лабораторной работе № 1 для исследования на растровом электронном микроскопе Zeiss Ultra 55.

Задание по работе

1. Осуществить подбор ускоряющего напряжения в соответствии с выбранным образцом и режимом исследования (от 2 до 20 кВ), произвести загрузку образцов.
2. Получить предварительное изображение. Произвести фокусировку и настройку стигмаций для получения наиболее четкого изображения.
3. Провести сканирование при разных режимах сканирования (InLens и SE2) и при разных увеличениях. Сохранить результаты сканирования.
4. Провести измерение линейных размеров объектов по указанию преподавателя.

Методические указания по выполнению работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить строение сканирующего электронного

микроскопа, изучить основные характеристики, режимы сканирования, изучить особенности подготовки образцов к сканированию (табл. 2.1). Также обязательно наличие выполненной лабораторной работы №1.

Таблица 2.1

Подбор ускоряющего напряжения

Метод детектирования	Ускоряющее напряжение	Рабочее расстояние	Режим вакуума
InLens	100 В–20 кВ	< 10 мм	ВВ
SE2	1–30 кВ	> 4 мм	ВВ
ESB	100 В–20 кВ	2–9 мм	ВВ
BSE	5–30 кВ	7–12 мм	ВВ/CBB
VPSE	5–30 кВ	7–12 мм	СВВ
EDX	5–30 кВ	8,5 мм	ВВ/CBB

Примечание. ВВ – высокий вакуум, стандартный режим работы СЭМ. СВВ – сверхвысокий вакуум, особый режим работы, для его достижения необходимо дополнительное оборудование (насос повышенной мощности).

InLens-метод – детектирование первичного электронного луча при помощи комбинирования электростатических и электромагнитных линз для захвата пучка электронов. Данный метод сканирования позволяет получить наилучшие данные о рисунках на поверхности сканируемого образца или торцевом срезе образца. Но данный метод позволяет сделать лишь предварительные выводы о рельефе образца (относится к структурам с неярко выраженным рельефом).

SE2-метод – детектор закреплен на стенке измерительной камеры. Улавливает вторичное излучение электронов и вторично возбужденное излучение, исходящее от образца после попадания и прохождения через него первичного электронного пучка. Является наиболее предпочтительным режимом для получения точных характеристик о рельефе поверхности сканируемого образца.

ESB-метод – детектор расположен совместно с последней электромагнитной линзой на конусе колонны электронной пушки. Проводит сканирование по энергии и углу наклона. Дает наилучшие результаты о наличии включений на поверхности сканируемого образца. Позволяет делать контрастные снимки при низких значениях ускоряющего напряжения.

BSE – аналогично ESB. Но позволяет получить еще более контрастное и рельефное изображение поверхности сканируемого образца.

VPSE, EDX – специальные режимы сканирования. В данной работе рассматриваться и использоваться не будут.

Загрузка образцов производится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Для начала необходимо переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Сначала необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом необходимо нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ – для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и завинтить в него щуп, после чего перенести столик на ступени в КПВ, не допуская переворота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close gate*, предварительно отключив кнопку *Open gate*. После того как индикатор *Gate closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, когда камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, т. е. достижения равенства внешнего давления и внутреннего (в КПВ). Поместить на предметный столик образцы (есть специальные держатели с клейкой поверхностью, если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого сканирования существует специальный держатель. Туда можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого производится закрытие КПВ, нажимаются кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* будет в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика при помощи щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open gate*, нажать кнопку *Close gate*. После закрытия шлюза, когда загорится индикатор *Gate closed*, выключите кнопку *Pump* и нажмите *Purge*. Запустите скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Получение предварительного изображения. В верхней части основного окна, в строке с кнопками быстрого вызова, выберите пункт «Ускоряющее напряжение» и установите необходимое значение. В правом нижнем углу основного окна программы включите ускоряющее напряжение. Смените изображение на экране на сканирование в соответствующем режиме. Сделайте минимальное увеличение, выберите максимальную скорость сканирования, после чего произведите первичную фокусировку. Приблизьте образец к сканеру в соответствии с рабочим расстоянием. Для этого переключитесь на видеокамеру и при помощи джойстика поднимите образец к сканеру. Затем проведите подстройку фокусировки. Увеличивайте изображение, пока не будет охвачена область, необходимая для детального сканирования. Поставьте 4-ю скорость сканирования, что даст хорошее качество изображения. На экране с небольшой скоростью начнет отрисовываться изображение в хорошем качестве. Когда один кадр будет отрисован, нажмите на клавиатуре кнопку *Freeze* для постановки сканера в режим ожидания. Изображение на экране и есть предварительное изображение. Увеличьте край образца. По нему провести точную настройку фокусировки и стигмаций при помощи вращения соответствующих ручек на управляющей клавиатуре. После получения наиболее четкого изображения можно переходить к непосредственному сканированию образца. Важно помнить, что если образец имеет значительную дифференциацию высот поверхности, то для получения качественных изображений будет необходимо своевременно подстраивать фокусировку.

Для предварительной фокусировки можно использовать тестовый образец (рис. 2.6 и 2.7). Тестовый образец загружается совместно с исследуемым образцом (образцами, по решению преподавателя). Основным преимуществом настройки фокуса и стигмаций по тестовому образцу является легкость обнаружения, четкие границы контуров фигур и объектов, достоверно измеренные геометрические размеры объектов.

Сканирование образца. Осуществить сканирование выданного преподавателем образца. Переместить сканер на необходимый участок образца. Увеличить и провести детальное сканирование с сохранением изображений. Провести сканирования в указанных в задании режимах.

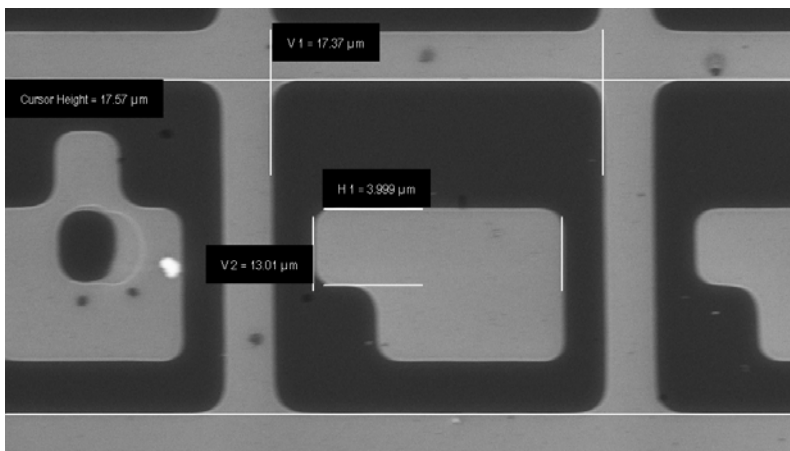


Рис. 2.6. Изображение одной ячейки тестового образца

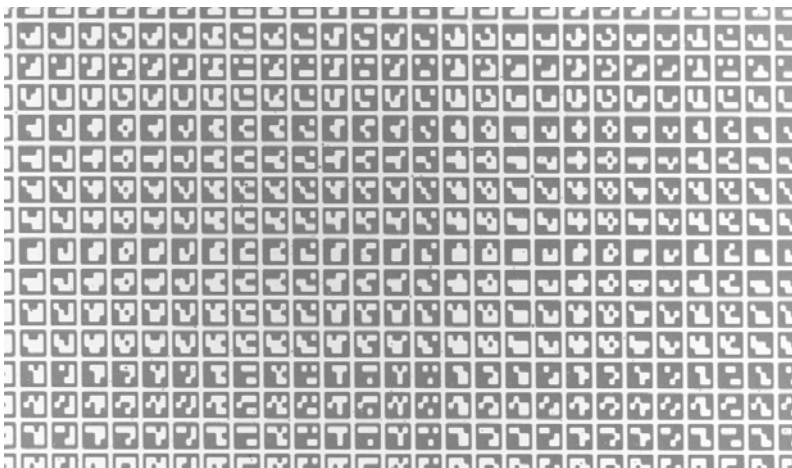


Рис. 2.7. Общий вид тестового образца

Контрольные вопросы

1. Какие условия необходимо соблюдать при сканировании диэлектриков?
2. В чем особенности каждого из режимов сканирования?
3. Какие из режимов сканирования наиболее предпочтительны в данной работе? Ответ обосновать.

4. По какой причине в камере сканирования должен поддерживаться высокий вакуум?
5. Назовите искажение, вносимое при низких и высоких ускоряющих напряжениях.
6. Перечислите основные панели управления РЭМ Zeiss Ultra 55.
7. Опишите идеальные условия сканирования.
8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.
9. Расскажите о влиянии астигматизма на получаемые изображения.

2.3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Цель работы: по измеренным величинам провести анализ погрешностей по представленным методикам.

Задание по работе

1. Провести анализ полученных результатов измерений линейных размеров объектов.
2. По представленным методикам рассчитать погрешности измерений.
3. Сделать вывод о погрешностях и факторах, влияющих на погрешности.

Методические указания по выполнению работы

Обработка и формы представления результата измерения. Рассмотрим группу из n независимых наблюдений случайной величины x , подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (2.1)$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин – стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \quad (2.2)$$

Поскольку число наблюдений n в группе ограничено, то заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \quad (2.3)$$

Величину отклонения $S(x)$ используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности вводится коэффициент t_q . Коэффициент t_q распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений n и выбранной доверительной вероятности P_d ; его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

- ◆ обрабатывается ограниченная группа из n наблюдений;
- ◆ результаты наблюдений x_i могут содержать систематическую погрешность;
- ◆ в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;
- ◆ распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке:

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений \bar{x} и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.2) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений $S(x)$.

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют x и $S(x)$.

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения $S(\bar{x})$ среднего арифметического серии измерений по формуле (2.3).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приблизительно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений $n < 15$ принадлежность результатов к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности P_d :

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \quad (2.4)$$

где t_q – коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений. НСП результата образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При суммировании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные, и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \theta_i^2}, \quad (2.5)$$

где θ_i – граница i -й неисключенной составляющей систематической погрешности; k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью; m – количество неисключенных со-

ставляющих систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают той же, что при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если $\theta/S(\bar{x}) < 0,8$, то границы погрешности результата принимают равными $\Delta = \varepsilon$. Если $\theta/S(\bar{x}) > 8$, то границы погрешности результата измерения принимают равными $\Delta = \theta$.

Если оба условия не выполняются ($0,8 < \theta/S(\bar{x}) < 8$), то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \quad (2.6)$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляются по формуле $\Delta = \pm t \cdot S_{\Sigma}$. Коэффициент t определяется по эмпирической зависимости:

$$t = \frac{\theta + \varepsilon}{0,577 \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}}. \quad (2.7)$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в форме $\bar{x} \pm \Delta$, P_d ; при отсутствии данных о видах функции распределения составляющих погрешности результата – или полиномами:

$$y = A + Bx + Cx^2 + \dots + Hx^m,$$

или экспоненциальными функциями:

$$y = A \exp(Bx),$$

где A, B, C, \dots, H – постоянные коэффициенты.

Оценивание достоверности результата испытаний. Согласно принятому определению, испытание – это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основани-

ем для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д.

С метрологической точки зрения, цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему (заштрихованная область на рис. 2.8). Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения по причине погрешности измерения параметра, а также потому, что невозможно точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

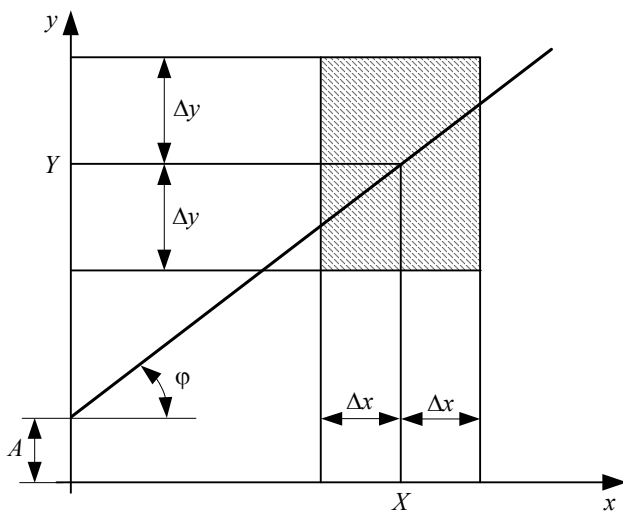


Рис. 2.8. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания $\Delta_{\text{исп}}$. Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.9. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия $M(X)$ в условиях, характеризуемых номинальным значением испытательного воздействия (установки) X . Положим, что зависимость $M = M(x)$ – линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно $\Delta_{\text{изм}}$ и Δx .

При отсутствии погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M возможный результат испытания находится в пределах

$$M_{\text{и}} = M(X) \pm \Delta x \cdot M'(x),$$

где $M'(x)$ – производная от $M(x)$. Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания будет:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \Delta x \cdot M'(x). \quad (2.8)$$

Результат испытаний следует записать в виде

$$M_{\text{и}} = M_{\text{изм}} \pm \Delta_{\text{исп}}.$$

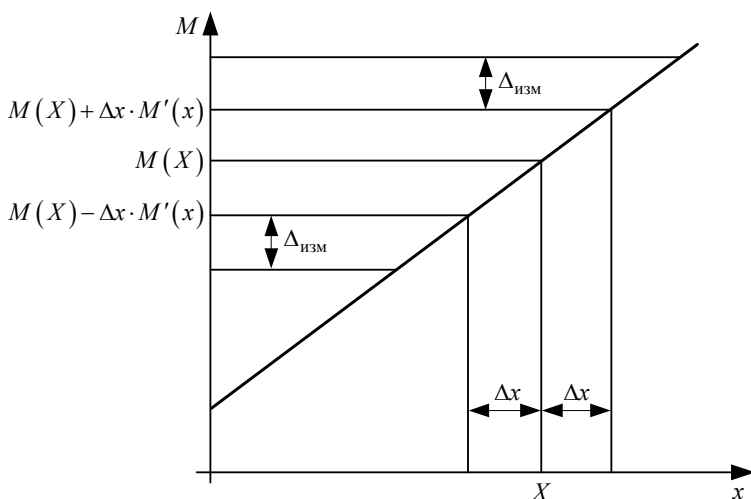


Рис. 2.9. Формирование погрешности испытания

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать m параметров испытательных воздействий:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \sum_{i=1}^m \Delta x_i M'(x_i), \quad (2.9)$$

где Δx_i – погрешность установки i -го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

Оценивание результата измерительного контроля. Стандартом на термины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие контроль формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый с применением средств измерений, называют измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сущности процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждение типа «годен – не годен», «брак – норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля – вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой 1-го рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой 2-го рода. Вероятность получения верного результата контроля: $P_v = 1 - (P_1 + P_2)$, где P_1 и P_2 – вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра x которого описывается некоторым распределением плотности вероятности $f(x)$ (рис. 2.10), где X – номинальное значение параметра, X_v – его верхний предельный размер, X_n – нижний предельный размер, $T_x = X_v - X_n$ – допуск параметра. На рис. 2.10 показано также распределение плотно-

сти вероятностей погрешности $f(\Delta x)$ средства измерений, примененного для контроля. Так как средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при $x = x_1$) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема – оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

При контроле партии изделий вероятность ошибок 1-го и 2-го рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

- 1) m – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок 2-го рода);
- 2) n – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок 1-го рода).

Параметры m и n определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x} \right) \cdot 100\%, \quad (2.10)$$

где σ – стандартное отклонение измерения; T_x – допуск контролируемого параметра (табл. 2.2). Меньшие значения m и n в интервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, бóльшие – по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Таблица 2.2

Параметры ошибок контроля, %

A_σ	m	n
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25

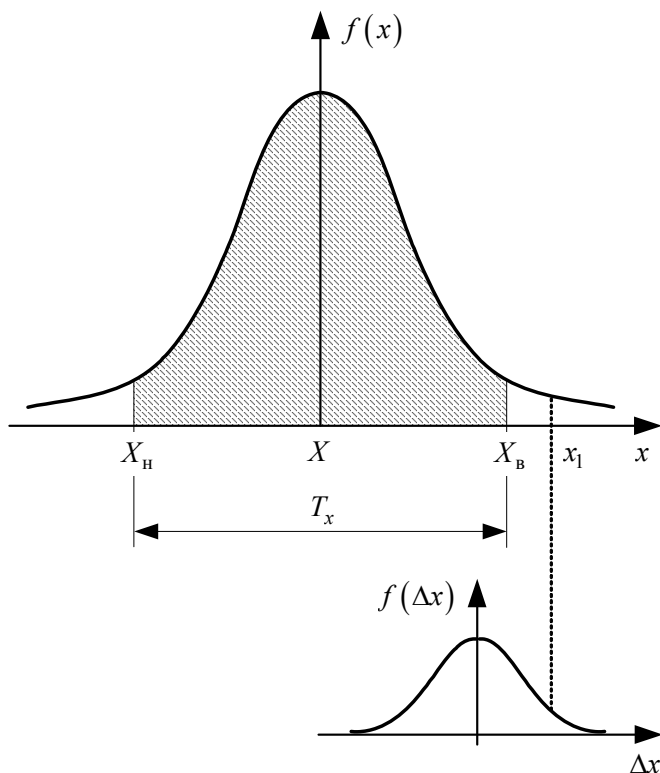


Рис. 2.10. Формирование распределения плотности вероятности $f(x)$ ошибок контроля

Контрольные вопросы

1. Измерения. Наблюдения. Независимые наблюдения.
2. Мера рассеяния. Математическое ожидание. Моменты первого и второго рода.
3. Правила обработки многократных наблюдений.
4. Порядок обработки результатов наблюдений.
5. Коэффициент Стьюдента. Вычисление коэффициента Стьюдента.
6. Оценка достоверности результатов испытаний.
7. Оценка результатов измерительного контроля.
8. Ошибки первого и второго рода.
9. Формирование ошибок контроля.

2.4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ

Цель работы: получить практические навыки в области подготовки и исследования различных образцов на рентгеноспектральном микроанализаторе, являющимся дополнительным оборудованием для РЭМ Zeiss Ultra 55.

Задание по работе

1. Изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы (домашняя проработка). Выбрать один из предназначенных для проведения работы образцов: один из образцов по выбору преподавателя. Подготовка образцов к сканированию.
2. Произвести загрузку образцов.
3. Провести сканирование при помощи рентгеноспектрального микроанализатора с ускоряющим напряжением от 15 до 20 кВ. Сохранить результаты сканирования. Проанализировать состав образца. Сделать выводы о неизвестных включениях.
4. Проанализировать результаты работы, сформулировать краткие выводы по работе, оформить отчет и представить его к защите.

Методические указания по выполнению работы

Перед выполнением заданий данного практического упражнения необходимо изучить общие принципы работы с рентгеноспектральным микроанализатором, его функциональный состав, особенности работы и подготовку к сканированию (домашняя проработка). Обязательным условием является успешное выполнение и защита лабораторной работы № 1.

Подготовка образцов к сканированию. Перед сканированием образца необходимо убедиться, что образец не загрязнен и размеры образца не превышают размеры предметного столика. Если производится сканирование торца образца, то необходимо уменьшить размеры образца и закрепить в вертикальном держателе (рис. 2.11). При этом необходимо сохранить торцевую часть неповрежденной.



Рис. 2.11. Держатели на предметном столике с закрепленными образцами

Загрузка образцов. Загрузка образцов производится в соответствии с инструкцией по работе с камерой предварительного вакуума и с включенной внутренней видеокамерой (см. инструкцию по работе с микроскопом). Для начала необходимо переместить предметный столик из камеры измерений (КИ) в камеру предварительного вакуума (КПВ). Сначала необходимо закрыть шлюз камеры электронной пушки. Для этого в программе работы с микроскопом необходимо нажать кнопку *Close chamber valve*. После чего выполнить скрипт «Смена образца» (*Change Specimen*), который автоматически переведет предметный столик в положение выгрузки/загрузки. Нажать кнопку *Pump* на панели управления КПВ – для выравнивания давления между КИ и КПВ, затем нажать кнопку *Open gate*, дождаться открытия внутреннего шлюза, разделяющего КИ и КПВ. Ввести щуп в камеру, предварительно ослабив фиксатор, подвести щуп к предметному столику и закрутить в него щуп, после чего перенести столик на стапели в КПВ, не допуская переверота столика, затем вывинтить щуп и зафиксировать в исходном положении. После можно закрывать КПВ. Для этого необходимо нажать кнопку *Close gate*, предварительно отключив кнопку *Open gate*. После того как индикатор *Gate closed* будет непрерывно гореть, можно открыть баллон с азотом, нажать кнопку *Purge*, дождаться, когда камеру можно будет открыть, после чего перекрыть доступ азота. Азот необходим для «затепления» КПВ, то есть достижения равенства внешнего давления и внутреннего (в КПВ). Поместить на предметный столик образцы (есть специальные держатели с клейкой поверхностью, если будет необходимо провести сканирование под углом). Для торцевого

сканирования существует специальный держатель. Туда можно поместить сразу два образца для торцевого сканирования. После этого производится закрытие КПВ, нажимаются кнопки *Purge* и *Pump* (кнопка *Purge* будет в выключенном состоянии). В КПВ будет вновь установлен вакуум и сравнен с давлением в КИ. Нажать кнопку *Open gate*, дождаться открытия шлюза между КПВ и КИ. Провести загрузку предметного столика при помощи щупа. Вернуть щуп в исходное положение. Выключить кнопку *Open gate*, нажать кнопку *Close gate*. После закрытия шлюза, когда загорится индикатор *Gate closed*, выключите кнопку *Pump* и нажмите *Purge*. Запустите скрипт *Scanning* для перемещения столика к сканированию.

Сканирование образцов. Сканирование образца и рентгено-спектральный микроанализ проводятся одновременно, поскольку анализируется спектр излучения, испускаемый образцом после попадания на него электронов из пушки. Иначе говоря, исследуется вторичное излучение. Для начала необходимо запустить вторую вычислительную машину, которая управляет Oxford INCA X-RAY. Затем проводится охлаждение рентгеноспектрального микроанализатора для введения его в рабочий режим. Следует отметить, что предварительно он охлаждается в расширенном режиме работы. Образцы уже должны быть загружены в микроскоп. Запускается ускоряющее напряжение не менее 12 кВ, иначе измеряемый спектр может быть плохо проанализирован. Провести увеличение и фокусировку на необходимом участке для исследования. Начать сбор спектра. Длительности сбора спектров устанавливаются преподавателем. По окончании каждого сбора спектра сохранять файл отчета для последующего анализа. Следует учитывать, что чем больше площадь сбора спектра, тем большая погрешность в результате измерений, но и накопление спектра происходит быстрее.

Анализ результатов. Сохранить полученный спектр состава образца. Произвести повторное сканирование, суммарно набрав 5–10 спектров при разном времени исследования. Сохранить его в одном из предложенных форматов. Провести анализ состава. Сделать выводы о неизвестных веществах либо веществах, которых по теоретическим предположениям быть не должно.

Контрольные вопросы

1. Возможно ли сканирование диэлектриков на рентгеноспектральном микроанализаторе?
2. В чем особенности сканирования?

3. По какой причине минимальное ускоряющее напряжение 15 кВ? Ответ обосновать.
4. Какие режимы работы есть у рентгеноспектрального микроанализатора? В чем их принципиальные отличия?
5. Назовите искажение, вносимое высоким ускоряющим напряжением. Его влияние на рентгеноспектральный микроанализ.
6. Функциональный состав Oxford INCA X-RAY.
7. Опишите идеальные условия рентгеноспектральной микроскопии.
8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.
9. Каковы минимальные размеры площади поверхности для рентгеноспектрального микроанализа? От чего это зависит?
10. По какой причине нельзя проводить исследование биологических объектов?

2.5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА

Цель работы: по полученным в предыдущей лабораторной работе спектрам провести анализ погрешностей по представленным методикам.

Задание по работе

1. Провести анализ накопленных спектров вторичного излучения образца.
2. Проанализировать распознанный состав образца, неизвестные линии спектра проанализировать и распознать (методика распознавания описана в инструкции к рентгеноспектральному микроанализатору).
3. Проанализировать качество спектра при различном времени исследования, при различных ускоряющих напряжениях.
4. Провести вычисления погрешностей по указанным ниже методикам.

Методические указания по выполнению работы

Обработка и формы представления результата измерения. Рассмотрим группу из n независимых наблюдений случайной ве-

личины x , подчиняющейся нормальному распределению. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов отдельных наблюдений:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i. \quad (2.11)$$

Оценку рассеяния относительно среднего значения называют средним квадратическим отклонением (соответствующий международный термин – стандартное отклонение) измеряемой величины и вычисляют по формуле

$$S(x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}. \quad (2.12)$$

Поскольку число наблюдений n в группе ограничено, то заново повторив серию наблюдений этой же величины, получим новое значение среднего арифметического. Характеристикой его рассеяния является стандартное отклонение среднего арифметического:

$$S(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}} = \frac{S(x)}{\sqrt{n}}. \quad (2.13)$$

Величину отклонения $S(x)$ используют для оценки погрешности результата измерения с многократными наблюдениями.

При нормальном законе распределения плотности вероятностей результатов наблюдений и ограниченном числе наблюдений среднее арифметическое подчиняется закону распределения Стьюдента с тем же средним значением. Особенностью этого распределения является то, что доверительный интервал с уменьшением числа наблюдений расширяется по сравнению с нормальным законом распределения при той же доверительной вероятности. Для оценки доверительных границ случайной погрешности вводится коэффициент t_q . Коэффициент t_q распределения Стьюдента зависит от числа наблюдений n и выбранной доверительной вероятности P_d ; его значения являются табличными данными.

Правила обработки результатов многократных наблюдений учитывают следующие факторы:

- ◆ обрабатывается ограниченная группа из n наблюдений;
- ◆ результаты наблюдений x_i могут содержать систематическую погрешность;
- ◆ в группе наблюдений могут встречаться грубые погрешности;
- ◆ распределение случайных погрешностей может отличаться от нормального.

Обработку результатов проводят в следующем порядке:

1. Исключают все известные систематические погрешности из результатов наблюдений; введением поправок получают исправленные результаты.

2. Вычисляют среднее арифметическое исправленных результатов наблюдений \bar{x} и принимают его за результат измерения.

3. По формуле (2.12) вычисляют оценку стандартного отклонения результатов наблюдений $S(x)$.

4. Проверяют наличие в группе наблюдений грубых погрешностей, используя соответствующий критерий. Исключают результаты наблюдений, содержащие грубые погрешности, и заново вычисляют \bar{x} и $S(x)$.

5. Вычисляют оценку стандартного отклонения $S(\bar{x})$ среднего арифметического серии измерений по формуле (2.13).

6. Проверяют гипотезу о том, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону. Приблизительно о характере распределения можно судить по гистограмме. При числе наблюдений $n < 15$ принадлежность результатов к нормальному распределению не проверяют, а доверительные границы случайной погрешности результата определяют лишь в том случае, если известно, что результаты наблюдений принадлежат нормальному закону.

7. Вычисляют доверительные границы ε случайной погрешности результата измерения при доверительной вероятности P_d :

$$\varepsilon = t_q S(\bar{x}), \quad (2.14)$$

где t_q – коэффициент Стьюдента.

8. Вычисляют границы неисключенной систематической погрешности (НСП) результата измерений. НСП результата образуется из неисключенных систематических погрешностей метода и средства измерений, погрешностей поправок и т. д. При сумми-

ровании эти составляющие рассматривают как случайные величины. При отсутствии информации о законе распределения неисключенных составляющих систематических погрешностей их распределения принимают за равномерные, и границы НСП результата измерения вычисляют по формуле

$$\theta = k \sqrt{\sum_{i=1}^m \theta_i^2}, \quad (2.15)$$

где θ_i – граница i -й неисключенной составляющей систематической погрешности; k – коэффициент, определяемый принятой доверительной вероятностью; m – количество неисключенных составляющих систематической погрешности. Доверительную вероятность для вычисления границ НСП принимают той же, что при вычислении границ случайной погрешности результата измерений.

9. Вычисляют доверительные границы погрешности результата измерения. Если $\theta/S(\bar{x}) < 0,8$, то границы погрешности результата принимают равными $\Delta = \varepsilon$. Если $\theta/S(\bar{x}) > 8$, то границы погрешности результата измерения принимают равными $\Delta = \theta$.

Если оба условия не выполняются ($0,8 < \theta/S(\bar{x}) < 8$), то вычисляют суммарное стандартное отклонение результата как сумму НСП и оценки стандартного отклонения:

$$S_{\Sigma} = \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}. \quad (2.16)$$

Границы погрешности результата измерения в этом случае вычисляются по формуле $\Delta = \pm t \cdot S_{\Sigma}$. Коэффициент t определяется по эмпирической зависимости:

$$t = \frac{\theta + \varepsilon}{0,577 \sqrt{\frac{1}{3} \sum_{i=1}^m \theta_i^2 + S(\bar{x})^2}}. \quad (2.17)$$

Межгосударственным стандартом ГОСТ 8.207–76 регламентирована также форма записи результата измерения. При симметричном доверительном интервале результат измерения представляют в форме $\bar{x} \pm \Delta$, P_d ; при отсутствии данных о видах функции

распределения составляющих погрешности результата – или полиномами:

$$y = A + Bx + Cx^2 + \dots + Hx^m,$$

или экспоненциальными функциями:

$$y = A \exp(Bx),$$

где A, B, C, \dots, H – постоянные коэффициенты.

Оценивание достоверности результата испытаний. Согласно принятому определению, испытание – это экспериментальное определение характеристик продукции в заданных условиях ее функционирования. Испытания являются важнейшим этапом создания образцов новой техники, и их результаты служат основанием для принятия решений по доработке конструкции и технологии, принятия решения о запуске в серийное производство и т. д.

С метрологической точки зрения, цель испытания заключается в нахождении посредством измерения истинного значения контролируемого параметра и оценивании степени доверия к нему (заштрихованная область на рис. 2.12). Как и при измерении, результат испытания контролируемого параметра отличается от своего истинного значения по причине погрешности измерения параметра, а также потому, что невозможно точно выдержать заданные номинальные условия испытания.

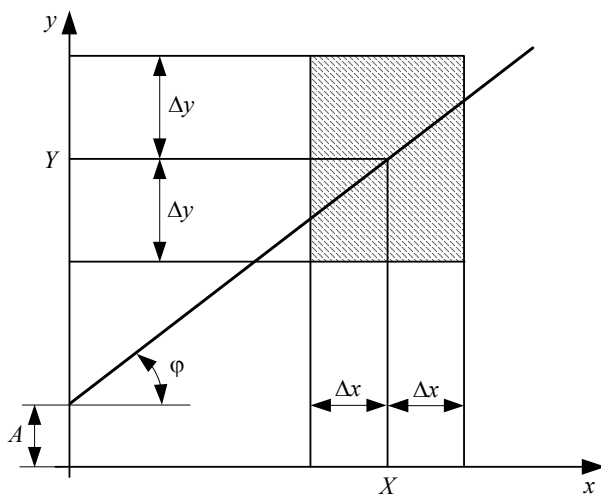


Рис. 2.12. Аппроксимация линейной функциональной зависимости

Для оценки качества результата испытания введено понятие погрешности испытания $\Delta_{\text{исп}}$. Формирование погрешности испытания показано на рис. 2.13. Требуется определить истинное значение контролируемого параметра изделия $M(X)$ в условиях, характеризующихся номинальным значением испытательного воздействия (установки) X . Положим, что зависимость $M = M(x)$ – линейная. Пусть погрешности измерения параметра и погрешность его установки заданы своими пределами: соответственно $\Delta_{\text{изм}}$ и Δx .

При отсутствии погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M возможный результат испытания находится в пределах

$$M_{\text{и}} = M(X) \pm \Delta x \cdot M'(x),$$

где $M'(x)$ – производная от $M(x)$. Наличие погрешности измерения приводит к расширению интервала неопределенности результата испытания. С учетом погрешности измерения $\Delta_{\text{изм}}$ параметра M наибольшее по абсолютной величине значение погрешности испытания будет:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \Delta x + M'(x). \quad (2.18)$$

Результат испытаний следует записать в виде

$$M_{\text{и}} = M_{\text{изм}} \pm \Delta_{\text{исп}}.$$

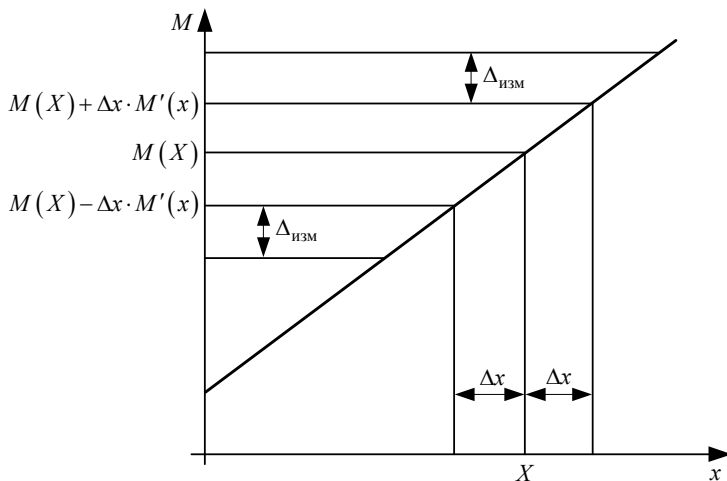


Рис. 2.13. Формирование погрешности испытания

В общем случае, когда при испытании требуется задавать и поддерживать m параметров испытательных воздействий:

$$\Delta_{\text{исп}} = \Delta_{\text{изм}} + \sum_{i=1}^m \Delta x_i M'(x_i), \quad (2.19)$$

где Δx_i – погрешность установки i -го параметра условий испытания.

Считается, что погрешности испытания обладают всеми принципиальными свойствами погрешностей измерения. Поэтому они могут описываться теми же характеристиками, что и погрешности измерения.

Оценивание результата измерительного контроля. Стандартом на термины и определения в области испытаний и контроля качества продукции понятие контроль формулируется как проверка соответствия показателей качества продукции установленным требованиям. Контроль, осуществляемый с применением средств измерений, называют измерительным контролем. Частным случаем измерительного контроля является допусковый контроль, при котором ставится задача установить, находится ли контролируемый параметр объекта контроля в пределах заданного допуска.

Необходимым условием измерительного контроля является наличие в нормативно-технической документации на объект допустимых значений контролируемого параметра или предельных отклонений параметра от его номинального значения.

По своей информационной сущности процедуры измерения и контроля содержат общую операцию получения измерительной информации, но отличаются конечным результатом. Цель измерения заключается в нахождении значения величины, а результатом контроля является логическое заключение (суждение типа «годен – не годен», «брак – норма»), получаемое на основе измерительной информации.

Результат контроля должен сопровождаться указанием показателей достоверности контроля. Достоверность контроля – вероятность соответствия результата контроля действительному значению контролируемого параметра. В качестве оценок достоверности контроля введены понятия вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Ситуация, когда годное в действительности изделие по результатам контроля признается негодным («ложный брак»), называется ошибкой 1-го рода. И наоборот, ситуация, когда негодное в действ-

вительности изделие по результатам контроля признается годным («необнаруженный брак»), называется ошибкой 2-го рода. Вероятность получения верного результата контроля: $P_B = 1 - (P_1 + P_2)$, где P_1 и P_2 – вероятности ошибок 1-го и 2-го рода.

Возникновение таких ошибок поясним на примере контроля изделия, рассеяние измеряемого параметра x которого описывается некоторым распределением плотности вероятности $f(x)$ на рис. 2.14, где X – номинальное значение параметра, X_B – его верхний предельный размер, X_H – нижний предельный размер, $T_x = X_B - X_H$ – допуск параметра. На рис. 2.14 показано также распределение плотности вероятностей погрешности $f(\Delta x)$ средства измерений, примененного для контроля. Так как средство измерений обладает собственной погрешностью, то по результатам измерений часть бракованных изделий (например, при $x = x_1$) может быть принята как годные. И наоборот, часть годных изделий будет забракована. Таким образом, при осуществлении измерительного контроля возникает метрологическая проблема – оценка влияния погрешности измерения контролируемого параметра на результаты контроля.

При контроле партии изделий вероятность ошибок 1-го и 2-го рода тем больше, чем больше дисперсия (или стандартное отклонение) погрешности измерения. В практике контроля партий изделий влияние погрешностей измерения оценивают двумя параметрами:

- 1) m – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры, выходящие за допустимые пределы, но признанных годными (за счет ошибок 2-го рода);
- 2) n – число изделий (в процентах от общего числа измеренных), имеющих параметры в пределах допустимых, но забракованных (за счет ошибок 1-го рода).

Параметры m и n определяют по таблицам в зависимости от законов распределения измеряемого параметра и погрешности:

$$A_\sigma = \left(\frac{\sigma}{T_x} \right) \cdot 100\%. \quad (2.20)$$

где σ – стандартное отклонение измерения; T_x – допуск контролируемого параметра (табл. 2.3). Меньшие значения m и n в ин-

тервалах соответствуют распределению погрешности измерения по нормальному закону, бóльшие – по закону равной вероятности; для рассеивания значений измеряемого параметра принято нормальное распределение.

Таблица 2.3

Параметры ошибок контроля, %

A_σ	m	n
1,6	0,87–0,90	0,70–0,75
3	0,87–0,90	1,20–1,30
5	1,60–1,70	2,00–2,25
8	2,55–2,81	3,46–3,74
12	3,75–4,10	5,40–5,80
16	5,00–5,40	7,80–8,25

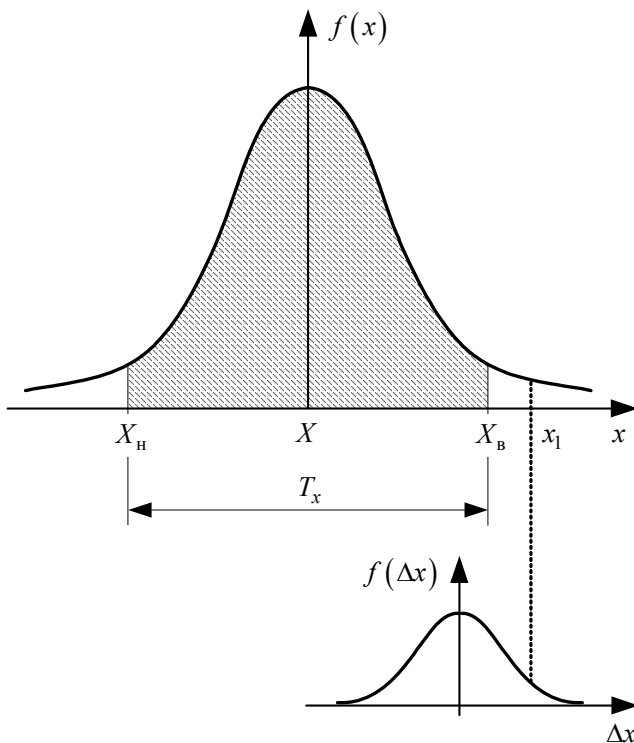


Рис. 2.14. Формирование распределения плотности вероятности $f(x)$ ошибок контроля

Контрольные вопросы

1. Измерения. Наблюдения. Независимые наблюдения.
2. Мера рассеяния. Математическое ожидание. Моменты первого и второго рода.
3. Правила обработки многократных наблюдений.
4. Порядок обработки результатов наблюдений.
5. Коэффициент Стьюдента. Вычисление коэффициента Стьюдента.
6. Оценка достоверности результатов испытаний.
7. Оценка результатов измерительного контроля.
8. Ошибки первого и второго рода.
9. Формирование ошибок контроля.

3. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

3.1. НОРМАТИВНАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

3.1.1. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ПО ДИСЦИПЛИНЕ

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ
Направление «Нанотехнология» с профилем подготовки «Нанонженерия»
Кафедра ИУ-4
Канд. техн. наук, доцент Андрей Игоревич Власов, тел. (499) 263-65-52 Кирилл Андреевич Елсуков, тел. (499) 263-65-52 Илья Алексеевич Косолапов, тел. (499) 263-65-52
Основная цель дисциплины: изучение основных методов и средств проведения измерений в области электронной микроскопии, освоение базовых методик проведения научного эксперимента средствами электронной микроскопии.
Планируемые результаты изучения дисциплины
Задачи дисциплины – получение теоретических и практических навыков работы с методами и средствами электронной микроскопии, а также формирование знаний, умений и навыков по следующим направлениям деятельности: <ul style="list-style-type: none">◆ работа с образцами для различных методов электронной микроскопии;◆ методы проведения измерений электронной микроскопии;◆ принципы работы на основных типах приборов электронной микроскопии;

- ◆ основы применения исследуемых методов в работе;
- ◆ поиск новых конструкторско-технологических решений и методических приемов при проведении микроскопии.

В результате изучения дисциплины приобретаются следующие профессиональные знания, умения и навыки.

Студент должен знать:

- ◆ классификацию основных методов электронной микроскопии;
- ◆ функциональный состав и принцип работы приборов для проведения электронной микроскопии;
- ◆ основные подходы и методики проведения электронной микроскопии.

Студент должен уметь:

- ◆ разрабатывать методики проведения электронной микроскопии;
- ◆ проводить измерения нанообъектов и наносистем изучаемыми методами электронной микроскопии.

Студент должен приобрести навыки:

- ◆ применения различных методов электронной микроскопии на широком классе средств электронной микроскопии;
- ◆ проведения научных экспериментов методами электронной микроскопии и обработки их результатов.

Место дисциплины в учебном плане специальности

Дисциплина способствует формированию навыков работы с методами визуализации объектов микромира, решению системных задач в области электронной микроскопии, возникающих при курсовом и дипломном проектировании.

Дисциплина требует активного применения ранее полученных знаний и умений по технологии, физике, математике, информатике.

Структура

1. Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование.

Общие сведения о наноразмерных структурах, особенности свойств наноструктур, термодинамические свойства, свойства

проводимости, магнитные свойства, применение наноструктур для создания элементов приборных устройств.

2. Введение в электронную микроскопию.

Введение в основы электронной микроскопии. Физические основы электронной микроскопии.

3. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

Основы просвечивающей электронной микроскопии, конструкция просвечивающего электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, формирование луча, методы визуализации, недостатки и ограничения, особенности применения.

4. Растровая электронная микроскопия (РЭМ).

Основы растровой электронной микроскопии, конструкция растрового электронного микроскопа, принцип работы растрового электронного микроскопа, устройство и работа растрового электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, технические возможности растрового электронного микроскопа, применение.

5. Зеркальная электронная микроскопия (ЗЭМ).

Физические основы зеркальной электронной микроскопии, конструкция зеркального электронного микроскопа, виды отображения результатов, разрешение и чувствительность, применение.

6. Рентгеноспектральный микроанализ.

Физические основы рентгеноспектрального микроанализа, устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора, области применения рентгеноспектрального микроанализатора.

Организация учебных занятий по дисциплине

Дисциплина построена по модульному принципу, изучение модулей завершается выполнением студентами контрольных работ. Отдельные вопросы предлагаются для самостоятельного ознакомления.

Все практические занятия проходят в компьютерном классе с использованием специализированного компьютерного программного обеспечения и мультимедийных средств.

По всем объемам курса разработаны мультимедийные презентации, которые используются при проведении лекционных и лабораторных занятий.

Семестр – 9-й (зачет).

Методическое обеспечение

Основная литература

1. *Зенгуил.* Физика поверхности. – М. : Мир, 1990.
2. *Вудраф Д., Делчар Т.* Современные методы исследования поверхности. – М. : Мир, 1989.
3. *Фельдман Ф., Майер Д.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М. : Мир, 1989.
4. *Моррисон С.* Химическая физика поверхности твердого тела. – М. : Мир, 1989.
5. *Синдо Д., Оикава Т.* Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М. : Техносфера, 2006.
6. *Лукьянов А. Е., Спивак Г. В., Гвоздовер Р. С.* Зеркальная электронная микроскопия // Успехи физических наук. – 1973. – Т. 110. – Вып. 4.
7. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский [и др.]. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.

Дополнительная литература

8. Методы анализа поверхностей / Под ред. А. Задерны. – М. : Мир, 1979.
9. Серия «Methods of Experimental Physics» // Solid State Physics: Surfaces / Edited by Robert L. Park and Max G. Lagally, Academic Press. – 1985. – V. 22.
10. Manual for the SUPRA (VP) and ULTRA scanning Electron Microscopes.

**Мультимедийные и интерактивные средства,
электронные учебники**

Для информационно-методического обеспечения курса разработан интерактивный портал <http://nanotech.iu4.bmstu.ru/>. На портале в электронном виде размещены методические материалы для лекций и самостоятельного изучения разделов курса, электронная рабочая тетрадь по практическим занятиям, подсистема электронного тестирования. Представлены дополнительные справочные материалы, библиотека литературы и глоссарий терминов.

Объем. Всего 102 ч, в том числе лекции – 34 ч, лабораторных работ (практических семинаров) – 34 ч, самостоятельная проработка разделов курса – 34 ч.

Приложения (на CD-диске)

- ◆ Конспект лекций по курсу.
- ◆ Рабочая тетрадь для проведения практических занятий по курсу.
- ◆ Билеты по курсу.
- ◆ Примеры ДЗ.
- ◆ Дополнительные методические материалы.

3.1.2. ПРИМЕРНАЯ БАЗОВАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования



«Московский государственный технический
университет имени Н. Э. Баумана»
(МГТУ им. Н. Э. Баумана)

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор –
проректор по учебной работе
МГТУ им. Н. Э. Баумана

Е. Г. Юдин

«__» _____ г.

Дисциплина для учебного плана специальности(ей): магистров по направлению подготовки «Нанотехнология» с профилем подготовки «Наноинженерия».

Факультета(ов) – **Информатика и системы управления (ИУ)**

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Автор(ы): доцент А. И. Власов, К. А. Елсуков, И. А. Косолапов

Кафедра ИУ-4 «Проектирование и технология производства
электронной аппаратуры»

Виды занятий	Объем занятий, зач. ед.				
	Всего	9-й семестр 17 недель			
Лекции	1	1			
Семинары	–	–			
Лабораторные работы	1	1			
Самостоятельная работа	0,5	0,5			
Итого:	2,5	2,5			
Проверка знаний:		Зачет			

Виды самостоятельной работы и контрольных мероприятий	Объем, зач. ед./выполнение, неделя выдачи-сдачи				
	Всего, зач. ед.	9-й семестр 17 недель			
Домашнее задание № 1 № 2	–	–			
Рубежный контроль № 1 № 2 № 3	–	–			
Контрольная работа № 1 № 2	–	–			
Курсовой проект	–	–			
Курсовая работа	–	–			

Москва, _____

Программа составлена на основании Государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования. Содержит государственные требования к минимуму содержания и уровня подготовки **магистра** по направлению подготовки «Нанотехнология» с профилем подготовки «Наноинженерия».

Раздел 1. Цели и задачи дисциплины

Цель дисциплины: изучение основных методов и средств проведения электронной микроскопии, освоение базовых методик проведения научного эксперимента средствами микроскопии.

Задачами дисциплины являются:

- ◆ получение теоретических и практических навыков работы с методами и средствами электронной микроскопии;
- ◆ изучение основных методов электронной микроскопии;
- ◆ изучение методов и средств просвечивающей электронной микроскопии;
- ◆ изучение методов растровой электронной микроскопии;
- ◆ изучение методов рентгеноспектрального микроанализа;
- ◆ изучение областей применения различных методов электронной микроскопии.

Примечание. Изучение данной дисциплины базируется на следующих курсах (разделах курсов):

- ◆ «Основы нанотехнологий»;
- ◆ «Физика»;
- ◆ «Математическое моделирование МЭМС/НЭМС»;
- ◆ «Технологические процессы в наноинженерии».

После освоения данной дисциплины студент подготовлен для изучения следующих курсов учебного плана:

- ◆ исследовательской части курсового проекта, квалификационной работы магистра;
- ◆ курса «Технологические процессы формирования микро- и наноструктур».

Раздел 2. Знания, умения и навыки, получаемые после освоения дисциплины

Студент должен знать:

- ◆ классификацию основных методов электронной микроскопии;

- ◆ функциональный состав и принцип работы приборов для проведения электронной микроскопии;
- ◆ основные подходы и методики проведения электронной микроскопии.

Студент должен уметь:

- ◆ разрабатывать методики проведения электронной микроскопии;
- ◆ проводить измерения нанобъектов и наносистем изучаемыми методами электронной микроскопии.

Студент должен приобрести навыки:

- ◆ применения различных методов электронной микроскопии на широком классе средств электронной микроскопии;
- ◆ проведения научных экспериментов методами электронной микроскопии и обработки их результатов.

Раздел 3. Содержание дисциплины

№ п/п	Раздел дисциплины	Лекции, ч.	Семинары, ч.	Лабораторные работы, ч.	Литература
	9-й семестр	34	–	34	
3.1	Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование	6	–	–	[6, 9, 25, 35]
3.2	Введение в электронную микроскопию	6	–	–	[6, 9, 25]
3.3	Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ)	6	–	–	[14, 35, 40, 41]
3.4	Растровая электронная микроскопия (РЭМ)	6	–	20	[6, 9, 29]
3.5	Зеркальная электронная микроскопия (ЗЭМ)	4	–	–	[6, 9, 35]
3.6	Рентгеноспектральный микроанализ	6	–	14	[6, 9, 35]

Содержание

3.1. Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование.

Общие сведения о наноразмерных структурах, особенности свойств наноструктур, термодинамические свойства, свойства проводимости, магнитные свойства, применение наноструктур для создания элементов приборных устройств.

3.2. Введение в электронную микроскопию.

Введение в основы электронной микроскопии. Физические основы электронной микроскопии.

3.3. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

Основы просвечивающей электронной микроскопии, конструкция просвечивающего электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, формирование луча, методы визуализации, недостатки и ограничения, особенности применения.

3.4. Растровая электронная микроскопия (РЭМ).

Основы растровой электронной микроскопии, конструкция растрового электронного микроскопа, принцип работы растрового электронного микроскопа, устройство и работа растрового электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, технические возможности растрового электронного микроскопа, применение.

3.5. Зеркальная электронная микроскопия (ЗЭМ).

Физические основы зеркальной электронной микроскопии, конструкция зеркального электронного микроскопа, виды отображения результатов, разрешение и чувствительность, применение.

3.6. Рентгеноспектральный микроанализ.

Физические основы рентгеноспектрального микроанализа, устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора, области применения рентгеноспектрального микроанализатора.

Раздел 4. Семинары

№ п/п	Тема семинара	Объем, ч.	Литература
9-й семестр		–	

Раздел 5. Лабораторные работы

№ п/п	Тема лабораторной работы	Объем, ч.	Литература
1	2	3	4
9-й семестр		34	
5.1	Лабораторная работа № 1. Основы растровой электронной микроскопии. Функциональный состав растрового электронного микроскопа. Изучение основных режимов измерения. Особенности подготовки образцов для измерений	6	[6, 9, 25]

1	2	3	4
5.2	Лабораторная работа № 2. Проведение измерений на растровом электронном микроскопе	6	[6, 9, 25]
5.3	Лабораторная работа № 3. Анализ результатов измерений растровой электронной микроскопии	8	[6, 11]
5.4	Лабораторная работа № 4. Рентгеноспектральный микроанализ. Основы рентгеноспектрального микроанализа. Особенности проведения измерений. Проведение измерений на рентгеноспектральном микроанализаторе	6	[6, 12]
5.5	Лабораторная работа № 5. Анализ результатов измерений рентгеноспектрального микроанализа	8	[6, 12]

Содержание

5.1. Лабораторная работа № 1. Основы растровой электронной микроскопии. Функциональный состав растрового электронного микроскопа. Изучение основных режимов измерения. Особенности подготовки образцов для измерений.

5.2. Лабораторная работа № 2. Проведение измерений на растровом электронном микроскопе.

5.3. Лабораторная работа № 3. Анализ результатов измерений растровой электронной микроскопии.

5.4. Лабораторная работа № 4. Рентгеноспектральный микроанализ. Основы рентгеноспектрального микроанализа. Особенности проведения измерений. Проведение измерений на рентгеноспектральном микроанализаторе.

5.5. Лабораторная работа № 5. Анализ результатов измерений рентгеноспектрального микроанализа.

Раздел 6. Самостоятельная работа

№ п/п	Тема самостоятельной работы	Объем, ч.	Литература
9-й семестр			
6.1	Самостоятельная проработка курса лекций	17	[6, 9, 11, 12, 25, 29, 35, 40]

Содержание

6.1. Самостоятельная проработка курса лекций. Самостоятельная проработка курса лекций проводится по литературе, приведенной в разделе 8.

Раздел 7. Курсовой проект, курсовая работа

№ п/п	Тема курсового проектирования, курсовой работы	Объем, ч.	Литера- тура
9-й семестр		–	

Раздел 8. Учебно-методические материалы

Основная литература

1. *Зенгуил.* Физика поверхности. – М. : Мир, 1990.
2. *Вудраф Д., Делчар Т.* Современные методы исследования поверхности. – М. : Мир, 1989.
3. *Фельдман Ф., Майер Д.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М. : Мир, 1989.
4. *Моррисон С.* Химическая физика поверхности твердого тела. – М. : Мир, 1989.
5. *Синдо Д., Оикава Т.* Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М. : Техносфера, 2006.
6. *Лукьянов А. Е., Спивак Г. В., Гвоздовер Р. С.* Зеркальная электронная микроскопия // Успехи физических наук. – 1973. – Т. 110. – Вып. 4.
7. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский [и др.]. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.
8. *Шиммель Г.* Методика электронной микроскопии / Пер. с нем. – М., 1972.
9. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ / Пер. с англ. Т. 1–2. – М., 1984.

Дополнительная литература

10. Методы анализа поверхностей / Под ред. А. Задерны. – М. : Мир, 1979.
11. Серия «Methods of Experimental Physics» // Solid State Physics: Surfaces / Edited by Robert L. Park and Max G. Lagally, Academic Press. – 1985. – V. 22.
12. *Бухараев А. А., Овчинников Д. В., Бухараева А. А.* Диагностика поверхности с помощью сканирующей силовой микроскопии (обзор) // Заводская лаборатория. – 1997. – № 5. – С. 10–27.
13. *Бухараев А. А.* Диагностика поверхности с помощью сканирующей туннельной микроскопии (обзор) // Заводская лаборатория. – 1994. – № 10. – С. 15–26.

14. *Бахтизин Р. З.* Сканирующая туннельная микроскопия – новый метод изучения поверхности твердых тел // Соросовский образовательный журнал. – 2000. – Т. 6. – № 11. – С. 1–7.
15. *Эдельман В. С.* Сканирующая туннельная микроскопия (обзор) // ПТЭ. – 1989. – № 5. – С. 25.
16. *Маслова Н. С., Панов В. И.* Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций // УФН. – 1989. – Т. 157. – Вып. 1. – С. 185.
17. *Арутюнов П. А., Толстихина А. Л.* Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники // Часть I: Микроэлектроника. – 1999. – Т. 28. – № 6. – С. 405–414; Часть II: Микроэлектроника. – 1999. – Т. 29. – № 1. – С. 13–22.
18. *Вольф Е. Л.* Принципы электронной туннельной спектроскопии / Под ред. В. М. Свистунова. – Киев : Наукова Думка, 1990.
19. *Миллер М., Смит Г.* Зондовый анализ в автоионной микроскопии. – М. : Мир, 1993
20. *Утевский Л. М.* Дифракционная электронная микроскопия. – М. : Металлургия, 1973.
21. Основы аналитической электронной микроскопии / Под ред. Дж. Гренг [и др.]. – М. : Металлургия, 1990. – 584 с.
22. *Спенс Дж.* Экспериментальная электронная микроскопия высокого разрешения. – М. : Наука, 1986. – 320 с.

**Для демонстрации на лекциях используются
следующие пособия**

1. Плакаты с изображением функциональных диаграмм методов микроскопии, методик проведения измерительных экспериментов.
2. Комплект мультимедийных презентаций по темам лекций и лабораторных работ.
3. Проведение всех практических занятий осуществляется в компьютерном классе с использованием учебных и демонстрационных версий прикладного ПО.

Методические указания по изучению дисциплины

1. Учитывая общую тенденцию сквозного внедрения нанотехнологий, в частности наноинженерии, на современных предпри-

ятиях и в повседневной жизни, изучение дисциплины должно организовываться как изучение системной, многовариантной проблемы, исследуемым объектам которой (технологическим процессам, методам проектирования и синтеза новых конструкторско-технологических решений) свойственны:

- а) многообразии связей элементов, отражающих объективную реальность;
 - б) специфическая методология моделирования и проектирования;
 - в) особый научный и практический аппарат.
2. Методологически дисциплина должна строиться на основе оптимального соотношения теоретических и прикладных вопросов с обязательным участием студентов в самостоятельном исследовании оригинальных частных задач синтеза типовых технологических процессов путем разработки концептуальных моделей.
 3. Теоретические основы должны излагаться в такой мере, чтобы показать общие принципы применения современных методов микроскопии к решению конкретных задач. Содержание соответствующих тем разделов должно быть направлено на усиление роли фундаментальных знаний в теоретической и профессиональной подготовке студента, способствовать формированию у студента фундаментальных системных знаний, развивать творческие способности будущего специалиста.
 4. Прикладные вопросы должны ориентировать студентов на решение типовых задач моделирования и проектирования ТП, выбор адекватных физическим процессам моделей, методов, алгоритмов, прикладных пакетов и технических средств, обладающих максимальной эффективностью. Поэтому во всех разделах предусмотрены темы, содержание которых связано с формированием и развитием у будущих специалистов практических навыков решения задач с использованием ЭВМ, САПР.

Программа составлена:

доцент А. И. Власов _____
К. А. Елсуков _____
И. А. Косолапов _____

3.2. СТРУКТУРА И СОСТАВ ФОНДОВ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Фонды оценочных средств по дисциплине представляют собой: варианты экзаменационных билетов, перечень вопросов для рейтинговых и контрольных мероприятий.

3.2.1. ПЕРЕЧЕНЬ ВОПРОСОВ ДЛЯ РЕЙТИНГОВЫХ И КОНТРОЛЬНЫХ МЕРОПРИЯТИЙ

1. Основные понятия, используемые в физике и химии поверхности (кромка, реконструкция, релаксация поверхности).
2. Симметрия поверхности и описание ее структуры.
3. Определение рельефа поверхности с помощью метода фиксации отраженных электронов. Схема растрового электронного микроскопа.
4. Основные принципы работы ПЭМ – зависимость качества сканирования от толщины образца. Получение изображений высокого разрешения в ПЭМ.
5. Метод улавливания вторичных электронов при изучении структуры поверхности на срезе (растровая электронная микроскопия).
6. Эффект «груши» и зависимость ее влияния от ускоряющего напряжения.
7. Основные принципы работы ЗЭМ. Особенности работы.
8. Особенности получения атомарного разрешения с помощью РЭМ.
9. Основные принципы работы электронных микроскопов.
10. Исследование поверхности методами электронной микроскопии (на срезе). Особенности подготовки образцов для сканирования в РЭМ.
11. Рентгеноспектральный микроанализ. Основные принципы работы рентгеноспектрального микроанализатора.
12. Влияние эффекта «груши» на рентгеноспектральный микроанализ при высоких и низких ускоряющих напряжениях.
13. Основные отличия между РЭМ и ПЭМ. Особенности подготовки образцов для сканирования в РЭМ и ПЭМ.

14. Особенности проведения сканирования на рентгеноспектральном микроанализаторе.
15. Основные режимы работы рентгеноспектрального микроанализатора.
16. Взаимодействие РЭМ и рентгеноспектрального микроанализатора на примере Zeiss Ultra 55 и Oxford INCA X-RAY.

3.2.2. ВАРИАНТЫ ЭКЗАМЕНАЦИОННЫХ БИЛЕТОВ

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана	
ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 1	
по курсу «Электронная микроскопия»	
<ol style="list-style-type: none">1. Классификация направлений электронной микроскопии.2. Просвечивающая микроскопия. Принцип работы.3. Объясните понятие электронная пушка. Приведите пример использования.	
Утверждаю	В. А. Шахнов
Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.	

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана	
ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 2	
по курсу «Электронная микроскопия»	
<ol style="list-style-type: none">1. Сканирование структуры образца на срезе при использовании РЭМ.2. Зеркальная электронная микроскопия. Особенности сканирования.3. Принцип работы сканирующего электронного микроскопа.	
Утверждаю	В. А. Шахнов
Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.	

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 3

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Факторы, определяющие быстродействие, точность и стабильность сканирования на РЭМ.
2. Классификация основных методов электронной микроскопии.
3. Общая характеристика метода улавливания вторичных электронов (РЭМ).

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 4

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Разрешение РЭМ. Зависимость качества изображения от увеличения.
2. Высоковольтная микроскопия.
3. Физические основы просвечивающей электронной микроскопии.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана	
ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 5	
по курсу «Электронная микроскопия»	
<ol style="list-style-type: none">1. Отражательный РЭМ. Особенности сканирования образцов.2. Особенности сканирования ПЭМ.3. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа.	
Утверждаю	В. А. Шахнов
Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.	

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана	
ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 6	
по курсу «Электронная микроскопия»	
<ol style="list-style-type: none">1. Метод контраста полей (ПЭМ). Основные особенности. Улучшение качества сканирования.2. Микроскопия магнитных полей (ЗЭМ).3. Метод сканирования по отраженным электронам (РЭМ).	
Утверждаю	В. А. Шахнов
Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.	

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 7

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Рентгеноспектральный микроанализ. Основные особенности. Принцип работы.
2. Функциональный состав ЗЭМ.
3. Эффект «груши». Влияние на качество сканирования.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 8

по курсу «Электронная микроскопия»

1. ПЭМ. Применение. Недостатки. Ограничения по разрешению.
2. Перспективы развития электронной микроскопии.
3. Устройство и работа растрового электронного микроскопа.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 9

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Совмещение рентгеноспектрального микроанализа и сканирования РЭМ. Побочные эффекты. Ограничения по сканированию.
2. Схема ПЭМ.
3. Особенности образцов для различного вида электронных микроскопов.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 10

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Наноразмерные структуры. Основные понятия.
2. Микроскопия электрических полей (ЗЭМ).
3. Режимы сканирования РЭМ.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 11

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Режимы сканирования РЭМ.
2. Схема ПЭМ.
3. Физические основы электронной микроскопии.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 12

по курсу «Электронная микроскопия»

1. ПЭМ. Применение. Недостатки. Ограничения по разрешению.
2. Рентгеноскопический микроанализ. Особенности применения. Недостатки.
3. Функциональный состав ЗЭМ.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 13

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Отражательный РЭМ. Особенности сканирования образцов.
2. Наноматериалы. Виды наноматериалов. Применение наноматериалов.
3. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

Московский государственный технический университет имени Н. Э. Баумана

ЭКЗАМЕНАЦИОННЫЙ БИЛЕТ № 14

по курсу «Электронная микроскопия»

1. Высоковольтная микроскопия.
2. Рентгеноскопический микроанализ. Особенности применения. Недостатки.
3. Принцип работы сканирующего электронного микроскопа.

Утверждаю

В. А. Шахнов

Билет рассмотрен и утвержден на заседании кафедры «__» _____ г.

3.3. СПЕЦИФИКАЦИЯ УЧЕБНЫХ ВИДЕО- И АУДИОМАТЕРИАЛОВ, СЛАЙДОВ, ЭСКИЗОВ ПЛАКАТОВ И ДРУГИХ ДИДАКТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

3.3.1. СПЕЦИФИКАЦИЯ СЛАЙДОВ – КОНСПЕКТОВ ЛЕКЦИЙ

Название раздела	Число слайдов
1. Наноразмерные структуры: классификация, формирование и исследование. Общие сведения о наноразмерных структурах, особенности свойств наноструктур, термодинамические свойства, свойства проводимости, магнитные свойства, применение наноструктур для создания элементов приборных устройств	6
2. Введение в электронную микроскопию. Введение в основы электронной микроскопии. Физические основы электронной микроскопии	6
3. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Основы просвечивающей электронной микроскопии, конструкция просвечивающего электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, формирование луча, методы визуализации, недостатки и ограничения, особенности применения	6
4. Растровая электронная микроскопия (РЭМ). Основы растровой электронной микроскопии, конструкция растрового электронного микроскопа, устройство и работа растрового электронного микроскопа, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, детектирование вторичных электронов, детектирование отраженных электронов, разрешение, применение	10
5. Зеркальная электронная микроскопия (ЗЭМ). Основы зеркальной электронной микроскопии, конструкция зеркального электронного микроскопа, режимы работы, виды отображения результатов, разрешение и чувствительность, применение	4
6. Рентгеноспектральный микроанализ. Физические основы, устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора, подготовка объектов для исследований и особые требования к ним, технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора, области применения рентгеноспектрального микроанализатора	8

3.3.2. ПРИМЕР ОФОРМЛЕНИЯ ДИДАКТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПО ЛЕКЦИЯМ

В разделе приведен типовой пример оформления дидактического материала по дисциплине «Электронная микроскопия» – конспект материалов лекций, содержащих основные определения, теоретические основы физических принципов, а также примеры. Методологически курс лекций строится на основе оптимального соотношения теоретических и прикладных вопросов с реализацией проектных методов обучения. Структура материала отличается реализацией блочно-вариативной концепции и внедрением проектных методов подготовки специалистов по «Наноинженерии».

МЕТОДЫ МИКРОСКОПИИ

Цель курса: ознакомить студентов с основными методами и средствами для проведения электронной микроскопии нанообъектов

Решаемые задачи: в данном курсе решаются задачи теоретической и практической подготовки студентов современным методам электронной микроскопии

Программа курса: 2,5 зачетных единицы

Лекции: 34 часа

Домашние задания: 17 часов

Лабораторные работы: 34 часа

Кафедра ИУ4 «Проектирование и технология производства ЭС» <http://nanotech.iu4.bmstu.ru>

МГТУ
им. Н.Э. Баумана

История оптической микроскопии



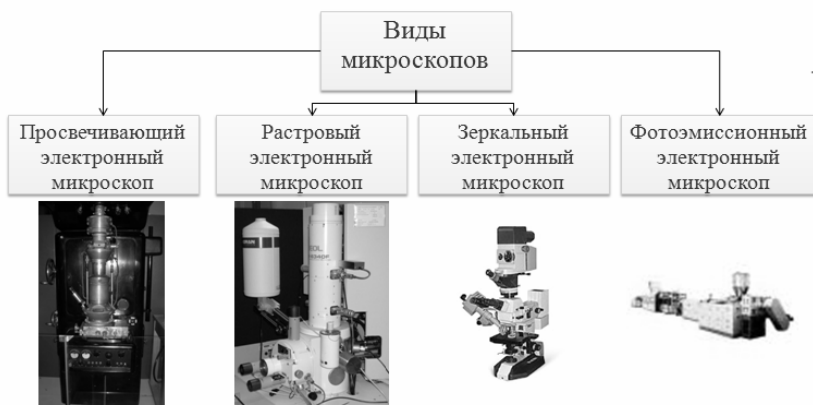
Электронный просвечивающий микроскоп

- Успехам в области теоретической и экспериментальной физики обязаны открытием электрона с его свойствами. Это привело к созданию основ электронной оптики (ЭОП). Прямым наметком на такую возможность явилась гипотеза волновой природы электрона, выдвинутая в 1924 году Луи де Бройлем и экспериментально подтвержденная в 1927 году К. Дэвиссоном и Л. Джермером в США и Дж. Томсоном в Англии.
- Главным приложением ЭОП являлось изобретение и создание Электронного микроскопа (ЭМК) в 1930-х годах, построенного по аналогии, по законам волновой оптики, но с применением электрических и магнитных полей для фокусировки электронных лучей.
- В 1931 году Р. Руденберг получил патент на просвечивающий электронный микроскоп, а в 1932 году М. Кнопп и Э. Руска построили первый просвечивающий микроскоп, применив магнитные линзы для фокусировки электронов. (Э. Руска за данный вклад стал лауреатом Нобелевской премии по физике за 1986 год).
- Растровый электронный микроскоп (РЭМ) был изобретен в 1952 Чарльзом Олди. И лишь после ряда технических усовершенствований он был внедрен в производство в середине 1960-х годов.
- Прибор с объемным изображением и электронным выходным сигналом нашел большое применение в науке и технике.

МГТУ
им. Н.Э. Баумана

Виды электронных микроскопов

Изучение наноструктур и наноматериалов как направление нанотехнологических и нанонаучных исследований базируется на нескольких фундаментальных и прикладных науках, а также на исследовательских методиках. Ниже приведены основные виды электронных микроскопов.



МГТУ
им. Н.Э. Баумана

Объекты исследования

1. Консолидированные наноматериалы
2. Нанополупроводники;
3. Нанополимеры;
4. Нанобиоматериалы;
5. Фуллерены и нанотрубки;
6. Наночастицы и нанопорошки;
7. Нанопористые материалы;
8. Супрамолекулярные структуры;

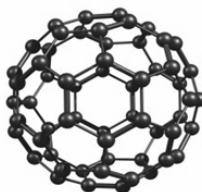
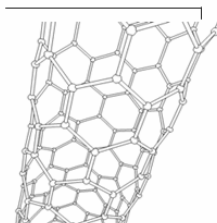
Рис (4). Фуллерен C₆₀

Рис (5). Схематическое изображение нанотрубки

Консолидированные материалы – компакты, пленки и покрытия из металлов, сплавов и соединений, получаемые разнообразными методами, нанесения пленок и покрытий.

Фуллерены и нанотрубки стали объектами изучения с момента открытия (Н. Крото, Р. Керлу, Р. Смолли, 1985) новой аллотропной формы углерода – кластеров C₆₀ и C₇₀, названных фуллеренами. Более пристальное внимание новые формы углерода привлекли к себе, когда были обнаружены углеродные нанотрубки в продуктах электродугового испарения графита (С. Ишима, 1991).

Наночастицы и нанопорошки представляют собой квазиульмерные структуры различного состава, размеры которых не превышают, в общем случае, нанотехнологической границы. Различие состоит в том, что наночастицы имеют возможный изолированный характер, тогда как нанопорошки – обязательно совокупный.

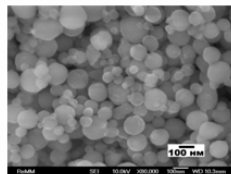


Рис (6). Микрофотография нанопорошка алюминия.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В рамках проекта, руководствуясь единой концепцией, созданы методические материалы по дисциплине «Электронная микроскопия». Методические материалы содержат нормативную базу дисциплины, рекомендации по организации и проведению лекций и лабораторных работ, перечень слайдов, типовых плакатов и другие дидактические материалы для работы профессорско-преподавательского состава по данной дисциплине.

Цель дисциплины – изучение основных методов, методик и устройств для проведения микроскопии нанообъектов и наносистем. Материал курса является основой для изучения других технологических процессов, применяемых при создании наноразмерных структур, в том числе в курсах «Технологии синтеза наноструктур», «Проектирование наносенсоров», «САПР наносистем» и ряда других, выполнения исследовательской части курсового проекта, курсовых работ по технологии производства ЭВС и подготовки магистерской диссертации.

Задачи дисциплины – получение теоретических и практических навыков проведения исследований, измерений и сертификации наноструктур, нанообъектов и наносистем.

Методологически дисциплина должна строиться на основе оптимального соотношения теоретических и прикладных вопросов с обязательным участием студентов в самостоятельном исследовании особенностей проведения процессов измерения наноструктур.

Теоретические основы должны излагаться в такой мере, чтобы показать общие принципы основных методов электронной микроскопии, их особенности, достоинства и недостатки. Содержание соответствующих тем разделов должно быть направлено на усиление роли фундаментальных знаний в теоретической и профессиональной подготовке студента, способствовать формированию у студента фундаментальных системных знаний, развивать творческие способности будущего специалиста.

Прикладные вопросы должны ориентировать студентов на решение задач моделирования и проектирования ТП, выбор адекватных физическим процессам моделей, методов, алгоритмов, прикладных пакетов и технических средств, обладающих максимальной эффективностью. Поэтому во всех разделах предусмотрены темы, содержание которых связано с формированием и развитием у будущих специалистов практических навыков решения задач с использованием ЭВМ, САПР.

В основу методических материалов по дисциплине «Электронная микроскопия» положены курсы, читаемые авторами в МГТУ им. Н. Э. Баумана.

Материалы учебно-методического комплекса соответствуют программам подготовки бакалавров/магистров, реализуемым в МГТУ им. Н. Э. Баумана. Разработаны с привлечением и в кооперации с НИИСИ РАН, ИРЭ РАН, РНЦ «Курчатовский институт», ФТИАН РАН и другими предприятиями ННС. Структура и состав учебно-методического обеспечения соответствуют требованиям федеральных законов от 10.07.1992 № 3266-1-ФЗ «Об образовании» (с изменениями и дополнениями) и от 22.08.1996 № 125-ФЗ «О высшем и послевузовском профессиональном образовании» (с изменениями и дополнениями), Типового положения об образовательном учреждении высшего профессионального образования (высшем учебном заведении), утвержденного постановлением Правительства РФ от 14 февраля 2008 г. № 71.

Программа по курсу
«ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ»
 Кафедра ИУ-4 «Проектирование и технология производства
 электронной аппаратуры»

Виды занятий	Объем занятий, зач. ед.				
	Всего	9-й семестр 17 недель			
Лекции	1	1			
Семинары	–	–			
Лабораторные работы	1	1			
Самостоятельная работа	0,5	0,5			
Итого:	2,5	2,5			
Проверка знаний:		Зачет			

Виды самостоятельной работы и контрольных мероприятий	Объем, зач. ед./выполнение, неделя выдачи-сдачи				
	Всего, зач. ед.	9-й семестр 17 недель			
Домашнее задание № 1 № 2	–	–			
Рубежный контроль № 1 № 2 № 3	–	–			
Контрольная работа № 1 № 2	–	–			
Курсовой проект	–	–			
Курсовая работа	–	–			

Программа составлена на основании Государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования. Содержит государственные требования к минимуму содержания и уровня подготовки **магистра** по направлению подготовки «Нанотехнология» с профилем подготовки «Наноинженерия».

Общие положения. Методическое обеспечение практикума по курсу «Электронная микроскопия» является частью УМК, разработано в соответствии с требованиями федеральных законов от 10.07.1992 № 3266-1-ФЗ «Об образовании» (с изменениями и дополнениями) и от 22.08.1996 № 125-ФЗ «О высшем и послевузовском профессиональном образовании» (с изменениями и дополнениями), Типового положения об образовательном учреждении высшего профессионального образования (высшем учебном заведении), утвержденного постановлением Правительства РФ от 14 февраля 2008 г. № 71, и одобрено научно-координационным советом по наноинженерии МГТУ им. Н. Э. Баумана.

Отчет по лабораторной работе № 1. Основы растровой электронной микроскопии			
Дата	Оценка (max 5)	Бонус за сложность	Подпись

Цели работы

1. Изучение основ растровой электронной микроскопии.
2. Изучение конструкции и принципов работы РЭМ Zeiss Ultra 55.
3. Изучение режимов работы РЭМ.
4. Получение навыков загрузки образцов.

Решаемые задачи

1. Изучение на практике общей конструкции прибора Zeiss Ultra 55 с использованием руководства пользователя и ресурсов сети Интернет (<http://nanotech.iu4.bmstu.ru>).
2. Изучение принципов работы с программой управления прибором Zeiss Ultra 55.
3. Получение навыков предварительной подготовки образцов к сканированию.
4. Анализ поставленной задачи сканирования, подбор ускоряющего напряжения и режима исследования.
5. Анализ результатов работы, формулировка кратких выводов по работе, оформление отчета и представление его к защите.

Методические указания. Прежде чем приступить к работе на растровом электронном микроскопе Zeiss Ultra 55, следует изучить руководство пользователя прибора.

Техника безопасности. Прибор управляется напряжением 220/380 В. Эксплуатацию растрового электронного микроскопа Zeiss Ultra 55 производить в соответствии с ПТЭ электроустановок потребителей и ПТБ при эксплуатации электроустановок потребителей для электроустановок напряжением до 380 В.

Какие факторы влияют на качество получаемых изображений?

Подготовка к проведению лабораторной работы

1. Выбор образцов для исследования: тестовый образец NPX200 и 2-3 образца по выбору преподавателя.
2. Подготовка образцов к исследованию.
3. Загрузка образцов для исследования в микроскоп.

Проведение лабораторной работы

1. Изучение теоретической части и подготовка краткого конспекта.
2. Изучение на практике общей конструкции прибора Zeiss Ultra 55.
3. Ознакомление с программой управления прибором Zeiss Ultra 55.
4. Предварительная подготовка образцов к сканированию под руководством преподавателя.
5. Загрузка образцов для сканирования под руководством преподавателя.
6. Анализ результатов работы, оформление и защита отчета.

Порядок загрузки образцов	
При использовании камеры предварительной загрузки	При загрузке непосредственно в основную камеру с использованием «затепления»

Отчет по лабораторной работе № 2.			
Проведение измерений на растровом электронном микроскопе			
Дата	Оценка (max 5)	Бонус за сложность	Подпись

Цели работы

1. Изучить принципы подбора ускоряющего напряжения в соответствии с выбранным образцом и режимом исследования (от 2 до 20 кВ), произвести загрузку образцов.
2. Изучить основные принципы получения предварительное изображение. Произвести фокусировку и настройку стигмаций для получения наиболее четкого изображения.
3. Изучить принципы сканирования в 2-х режимах (по выбору преподавателя).
4. Провести сканирование подготовленных ранее образцов, набрать некоторые данные о линейных размерах измеряемых объектов (по указанию преподавателя).

Решаемые задачи

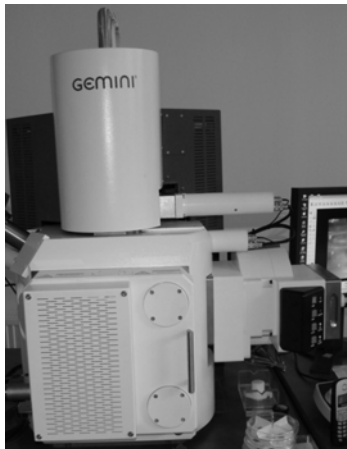
1. Осуществление подбора ускоряющего напряжения в соответствии с выбранным образцом и режимом исследования (от 2 до 20 кВ), произвести загрузку образцов.
2. Получение предварительного изображения. Произвести фокусировку и настройку стигмаций для получения наиболее четкого изображения.
3. Проведение сканирования при различных режимах сканирования (InLens и SE2) и при разных увеличениях. Сохранение результатов сканирования.
4. Проведение измерений линейных размеров объектов (по указанию преподавателя).
5. Проведение обработки полученных изображений. Обработка экспериментальных данных каждым студентом индивидуально.
6. Анализ результатов работы, формулировка кратких выводов по работе, оформление отчета и представление его к защите.

Методические указания. Прежде чем приступить к работе на растровом электронном микроскопе Zeiss Ultra 55, следует изучить руководство пользователя прибора. Также необходимо наличие выполненной лабораторной работы № 1.

Техника безопасности. Прибор управляется напряжением 220 В. Эксплуатацию производить в соответствии с ПТЭ электроустановок потребителей и ПТБ при эксплуатации электроустановок потребителей для электроустановок напряжением до 220 В.

Краткий конспект теоретической части

Из каких элементов состоит основная колонна растрового электронного микроскопа?



Как осуществляется подбор ускоряющего напряжения?

Каковы причины возникновения астигматизма? Методы его устранения.

Подготовка к проведению лабораторной работы

1. Осуществить подбор ускоряющего напряжения (от 2 до 20 кВ).
2. Изучить основные преимущества и недостатки выбранных методов исследования.

Проведение лабораторной работы

1. Изучение теоретической части и подготовка краткого конспекта.
2. Изучение на практике различных режимов исследования РЭМ Zeiss Ultra 55.
3. Изучение на практике влияния ускоряющего напряжения на качество получаемых изображений.
4. Получение первичного изображения под контролем преподавателя.
5. Фокусировка и настройка микроскопа для проведения основных исследований.
6. Сохранение результатов работы. Обработка полученных результатов исследований.
7. Анализ результатов работы, оформление и защита отчета.

Сравнительная характеристика режима измерения	
Метод InLens	Метод SE2

Анализ экспериментальных данных:

Выводы:

Контрольные вопросы

1. Какие условия необходимо соблюдать при сканировании диэлектриков?
2. В чем особенности каждого из режимов сканирования?
3. Какие из режимов сканирования наиболее предпочтительны в данной работе? Ответ обосновать.
4. По какой причине в камере сканирования должен поддерживаться высокий вакуум?
5. Назовите искажение, вносимое при низких и высоких ускоряющих напряжениях.
6. Перечислите основные панели управления РЭМ Zeiss Ultra 55.
7. Опишите идеальные условия сканирования.
8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.
9. Расскажите о влиянии астигматизма на получаемые изображения.

Отчет по лабораторной работе № 3.			
Анализ результатов измерений растровой электронной микроскопии			
Дата	Оценка (max 5)	Бонус за сложность	Подпись

Цели работы

1. Изучение методов анализа полученных результатов.
2. Изучение методик расчета погрешностей при различных видах измерений.
3. Расчет погрешностей проведенных измерений.
4. Получение навыков обработки и представления погрешностей экспериментальных результатов. Получение навыков анализа погрешностей.

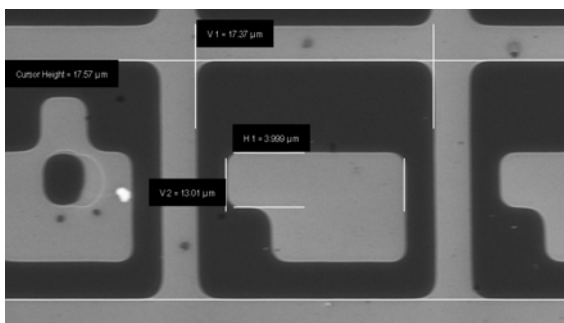
Решаемые задачи

1. Изучение на практике применения методик расчета погрешностей измерений.
2. Изучение базовых методик расчета погрешностей.
3. Обработка экспериментальных данных каждым студентом индивидуально.
4. Проведение расчетов погрешностей полученных результатов.
5. Анализ результатов работы, формулировка кратких выводов по работе, оформление отчета и представление его к защите.

Методические указания. Прежде чем приступить к расчету погрешностей, следует повторить основные тезисы курса «Метрология».

Краткий конспект теоретической части

Какие размеры приведены на изображении (какие погрешности влияют на них)?



Основные методики расчета, формулы расчета и результаты расчета		

Анализ экспериментальных данных:

Выводы:

Контрольные вопросы

1. Измерения. Наблюдения. Независимые наблюдения.
2. Мера рассеяния. Математическое ожидание. Моменты первого и второго рода.
3. Правила обработки многократных наблюдений.
4. Порядок обработки результатов наблюдений.
5. Коэффициент Стьюдента. Вычисление коэффициента Стьюдента.
6. Оценка достоверности результатов испытаний.
7. Оценка результатов измерительного контроля.
8. Ошибки первого и второго рода.
9. Формирование ошибок контроля.

Отчет по лабораторной работе № 4. Рентгеноспектральный микроанализ			
Дата	Оценка (max 5)	Бонус за сложность	Подпись

Цели работы

1. Изучение основ рентгеноспектрального микроанализа.
2. Изучение конструкции и принципов работы прибора Oxford INCA X-RAY.
3. Изучение режимов работы рентгеноспектрального микроанализатора.
4. Получение спектров излучения исследуемых образцов.
5. Получение навыков сбора и предварительной обработки результатов измерений.

Решаемые задачи

1. Изучение на практике общей конструкции прибора Oxford INCA X-RAY.
2. Изучение базовых принципов работы с программой управления прибором Oxford INCA X-RAY в режиме обслуживания и в режиме сбора спектра.
3. Получение спектра излучения. Получение состава исследуемого образца под руководством преподавателя. Рекомендуется использовать в качестве образцов кремниевые пластины с напыленными металлами, окисленными металлами.
4. Проведение обработки полученных спектров. Распознавание неизвестных включений по методике, представленной в инструкции по работе с устройством.
5. Анализ результатов работы, формулировка кратких выводов по работе, оформление отчета и представление его к защите.

Методические указания. Прежде чем приступить к работе на рентгеноспектральном микроанализаторе Oxford INCA X-RAY, следует изучить руководство пользователя прибора.

Техника безопасности. Прибор управляется напряжением 220 В. Эксплуатацию рентгеноспектрального микроанализатора производить в соответствии с ПТЭ электроустановок потребителей и ПТБ при эксплуатации электроустановок потребителей для электроустановок напряжением до 220 В.

Краткий конспект теоретической части

Из каких основных конструктивных компонентов рентгеноспектральный микроанализатор Oxford INCA X-RAY?



Какое охлаждение используется в рентгеноспектральном микроанализаторе? Физический принцип работы данного элемента.

Какие режимы работы у рентгеноспектрального микроанализатора? В чем их отличие? В каком режиме производится сбор спектров?

Подготовка к проведению лабораторной работы

1. Выбор образцов для исследования: 3-4 образца по выбору преподавателя.
2. Подготовка рентгеноспектрального микроанализатора к работе.

Проведение лабораторной работы

1. Изучение теоретической части и подготовка краткого конспекта.
2. Изучение на практике общей конструкции прибора Oxford INCA X-RAY.
3. Ознакомление с программой управления прибором Oxford INCA X-RAY.
4. Сбор спектров с выбранных образцов, сохранение и предварительная обработка результатов измерения.
5. Распознавание неизвестных включений в образцы.
6. Анализ результатов работы, оформление и защита отчета.

Вклеить спектры образцов (1-2 – на выбор)

Анализ экспериментальных данных:

Выводы:

Контрольные вопросы

1. Возможно ли сканирование диэлектриков на рентгеноспектральном микроанализаторе?
2. В чем особенности сканирования?
3. По какой причине минимальное ускоряющее напряжение 15 кВ? Ответ обосновать.
4. Какие режимы работы есть у рентгеноспектрального микроанализатора? В чем их принципиальные отличия.
5. Назовите искажение, вносимое высоким ускоряющим напряжением. Его влияние на рентгеноспектральный микроанализ.
6. Функциональный состав Oxford INCA X-RAY.
7. Опишите идеальные условия рентгеноспектральной микроскопии.
8. Расскажите о методах очистки образцов перед сканированием.
9. Каковы минимальные размеры площади поверхности для рентгеноспектрального микроанализа? От чего это зависит?
10. По какой причине нельзя проводить исследование биологических объектов?

Какие погрешности могут считаться недопустимыми?

В чем состоит смысл расчета погрешностей? Какие выводы и рекомендации можно сделать после расчета погрешностей?

Подготовка к проведению лабораторной работы

1. Наличие вычислительных приборов.
2. Предварительное ознакомление с методиками расчета.
3. Наличие собранных спектров на ЭВМ или в распечатанном виде после проведенных исследований спектров образцов.

Проведение лабораторной работы

1. Провести анализ полученных результатов измерений линейных размеров объектов.
2. По представленным методикам рассчитать погрешности измерений.
3. Сделать вывод о погрешностях и факторах, влияющих на погрешности.
4. Заполнить краткую теоретическую часть и представить отчет к защите.

Основные методики расчета, формулы расчета и результаты расчета		

Анализ экспериментальных данных:

Выводы:

Контрольные вопросы

1. Измерения. Наблюдения. Независимые наблюдения.
2. Мера рассеяния. Математическое ожидание. Моменты первого и второго рода.
3. Правила обработки многократных наблюдений.
4. Порядок обработки результатов наблюдений.
5. Коэффициент Стьюдента. Вычисление коэффициента Стьюдента.
6. Оценка достоверности результатов испытаний.
7. Оценка результатов измерительного контроля.
8. Ошибки первого и второго рода.
9. Формирование ошибок контроля.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Алферов Ж. И.* Двойные гетероструктуры : концепция и применение // Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172. – № 9. – С. 19.
2. *Андриевский Р. А.* Наноматериалы : концепция и современные проблемы // Российский химический журнал. – 2002. – Т. 46. – № 5. – С. 50–56.
3. *Андриевский Р. А., Рагуля А. В.* Наноструктурные материалы. – М. : Изд. центр «Академия», 2005. – 192 с.
4. *Бахтизин Р. З.* Сканирующая туннельная микроскопия – новый метод изучения поверхности твердых тел // Соросовский образовательный журнал. – 2000. – Т. 6. – № 11.
5. *Быков В. П.* // Квантовая электроника. – 1974. – Т. 1. – № 7. – С. 1557–1577.
6. *Валиев Р. З., Александров И. В.* Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. – М. : Логос, 2000. – 272 с.
7. *Вудраф Д., Делчар Т.* Современные методы исследования поверхности. – М. : Мир, 1989.
8. *Герасименко Н. Н.* Наноразмерные структуры в имплантированных полупроводниках // Российский химический журнал. – 2002. – Т. 46. – № 5. – С. 30–41.
9. *Головин Ю. И.* Введение в нанотехнологию. – М. : Машиностроение, 2003. – 112 с.
10. *Голубев В. Г.* Трехмерно-упорядоченные композиты опал–полупроводник : получение, структурные и фотонные свойства (<http://link.edu.ioffe.ru/winter/2002/main/golubev>).
11. *Гусев А. И., Ремпель А. А.* Нанокристаллические материалы. – М. : Физматлит, 2000. – 224 с.
12. *Демиховский В. Я., Вугальтер Г. А.* Физика квантовых низкоразмерных структур. – М. : Логос, 2000. – 248 с.
13. *Елецкий А. В.* Углеродные нанотрубки и их эмиссионные свойства // Успехи физических наук. – 2002. – Т. 172. – № 4. – С. 401–438.
14. *Зенгуил.* Физика поверхности. – М. : Мир, 1990.

15. Исследования особенностей процесса локального окисления пленок титана с использованием сканирующей зондовой микроскопии / С. А. Гаврилов [и др.] // Изв. вузов. Электроника. – 2000. – № 3. – С. 27–33.
16. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский [и др.]. – М. : Металлургия, 1982. – 632 с.
17. *Ляхно В. Д.* Кластеры в физике, химии, биологии. – Ижевск : НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика», 2001. – 256 с.
18. *Лукьянов А. Е., Спивак Г. В., Гвоздовер Р. С.* Зеркальная электронная микроскопия // Успехи физических наук. – 1973. – Т. 110. – Вып. 4.
19. *Миронов В. Л.* Основы сканирующей зондовой микроскопии. – Нижний Новгород : РАН ИФМ, 2004. – 114 с.
20. *Моррисон С.* Химическая физика поверхности твердого тела. – М. : Мир, 1989.
21. Нанокomпозиционные металлполимерные пленки : сенсорные, каталитические и электрофизические свойства / Л. И. Трахтенберг [и др.] // Вестник московского университета. Сер. 2. Химия. – 2001. – Т. 42. – № 5. – С. 325–331.
22. Нанотехнологии в электронике / Под ред. Ю. А. Чаплыгина. – М. : Техносфера, 2005. – 448 с.
23. Нанотехнологии и фотонные кристаллы // Материалы 1-го Международного семинара / Под ред. д-ра техн. наук А. Ф. Белянина и д-ра физ.-мат. наук М. И. Самойловича. – Йошкар-Ола : МарГТУ, 2003. – 180 с.
24. *Неволин В. К.* Зондовые нанотехнологии в электронике. – М. : Техносфера, 2005. – 152 с.
25. *Носкова Н. И., Мулюков Р. Р.* Субмикрoкристаллические и нанокристаллические металлы и сплавы. – Екатеринбург : Уральское отделение РАН, 2003. – 280 с.
26. Оптическая литография прорвалась в глубокий наномир / По материалам сайта www.CNews.com – <http://www.cnews.ru/news/top/index.shtml?2006/02/21/196504>.
27. Плазмохимический синтез и свойства ультрадисперсного NbN / В. Н. Троицкий [и др.] // Химия высоких энергий. – 1994. – Т. 28. – С. 275–279.
28. *Помогайло А. Д.* Металлополимерные нанокomпозиты с контролируемой молекулярной архитектурой // Российский химический журнал. – 2002. – Т. 46. – № 5. – С. 64–73.
29. *Помогайло А. Д., Розенберг А. С., Уфлянд И. Е.* Наночастицы металлов в полимерах. – М. : Химия, 2000. – 672 с.

30. *Раков Э. Г.* Химия и применение углеродных нанотрубок // *Успехи химии*. – 2001. – Т. 70. – № 10. – С. 934–973.
31. *Рембеза С. И., Рембеза Е. С.* Нанокompозиты на основе диоксида олова // *Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии* : Тезисы IV Международной конференции. – Кисловодск-Ставрополь : СевКавГТУ, 2004. – 492 с.
32. *Русанов А. И.* Удивительный мир наноструктур // *Журнал общей химии*. – 2002. – Т. 72. – № 4. – С. 532–549.
33. *Рыков С. А.* Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур. – СПб. : Наука, 2001.
34. *Рябенко Е. А., Кузнецов А. И.* // *ЖПХ*. – 1977. – № 7. – С. 1625–1627.
35. *Сергеев Г. Б.* Нанохимия. – М. : МГУ, 2003. – 288 с.
36. СЗМ-методики – материалы сайта ru.ntmdt.ru – <http://ru.ntmdt.ru/SPM-Techniques/>.
37. *Синдо Д., Оикава Т.* Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. – М. : Техносфера, 2006.
38. Технологии, оборудование и системы управления в электронном машиностроении. В кн. : *Машиностроение : энциклопедия*. Т. III-8 / Ю. В. Панфилов [и др.] // Ред. совет : К. В. Фролов (председатель) [и др.]; под общ. ред. Ю. В. Панфилова. – М. : Машиностроение, 2000. – 744 с.
39. *Фельдман Ф., Майер Д.* Основы анализа поверхности и тонких пленок. – М. : Мир, 1989.
40. Физика наноразмерных систем / А. Я. Шик [и др.] // Под. ред. А. Я. Шика. – СПб. : Наука, 2001. – 160 с.
41. *Харрис П.* Углеродные нанотрубы и родственные структуры. Новые материалы XXI века / Пер. с англ. // Под. ред. Л. А. Чернозатонского. – М. : Техносфера, 2003. – 336 с.
42. *Шмидт В. В.* Введение в физику сверхпроводников. – М. : МЦ-НМО, 2000. – 402 с.
43. *Anderson P. W.* // *Phys. Rev.* – 1958. – V. 109. – № 5. – P. 1492–1505.
44. *Cappella B., Dietler G.* Force-distance curves by atomic force microscopy // *Surface Science Reports*. – 1999. – 34, 1.
45. *Chou S. Y.* Nano-imprint lithography and lithographically induced self-assembly // *MRS Bulletin*. – 2001. – 26. – P. 512–517.
46. *Самойлович С. М.* Автореферат канд. диссертации. – М. : МГУ, 1999.
47. Electrical resistivity as characterization tool for nanocrystal metals / J. I. McGree [et al.] // *Nanophase and Nanocomposite Materials III*. – Warrendale : Materials Research Society, 2000. – P. 461–466.

48. Electrochemical Assembly of Ordered Macropores in Gold / E. Judith [et al.] // *Adv. Materials*. – 2000. – 12. № 12. – P. 888–900.
49. *Ellsworth M. W.* Nanocomposite materials for Electronics Components Industry. – MIT-Stanford-Berkeley Nanotechnology Forum, Menlo-Parc, CA, 2004. – 21 p.
50. Encycloedia of nanoscience and nanotechnology / Ed. by H. S. Nalwa // *ASP*. – V. 6. – 2004. – P. 321–340.
51. *Gleiter H.* Nanostructured materials : basic concepts and microstructure // *Acta Materialia*. – 2000. – V. 48. – № 1. – P. 1–29.
52. *Hsu J. W. P.* Near-field scanning optical microscopy studies of electronic and photonic materials and devices // *Materials Science and Engineering Reports*. – 2001. – 33, 1.
53. *Joannopoulos J. D.* // *Nature*. – 2001. – V. 414. – P. 257–258.
54. *John S.* // *Phys. Rev. Lett.* – 1987. – V. 58. – № 23. – P. 2486–2489.
55. *Knobel R., Cleland A.* New NEMS device // *Nature*. – 2003. – V. 424. – P. 291–294.
56. *Kubby J. A., Boland J. J.* Scanning Tunneling Microscopy of Semiconductor Surfaces // *Surface Science Reports*. – 1996. – 26, 61.
57. *Miguez H.* [et al.] // *J. Lightwave Technol.* – 1999. – V. 17. – № 11. – P. 1975–1981.
58. *Miyazaki H., Ohtaka K.* // *Phys. Rev. B*. – 1998. – V. 58. – № 11. – P. 6920–6937.
59. *Mott N. F.* // *Adv. Phys.* – 1967. – V. 16. – № 61. – P. 49–144; and *Mott N. F.* // *Philos. Mag.* – 1968. – V. 17. – № 150. – P. 1259–1268.
60. Nanocrystalline materials : a way to solids with tunable electronic structure and properties / H. Gleiter [et al.] // *Acta Materialia*. – 2001. – V. 48. – P. 737–745.
61. *Nanomaterials. Synthesis, Properties and Applications* / Eds A. S. Edelstein, R. C. Cammarata. – Bristol : Institute of Physics Publishing, 1998. – 596 p.
62. *Newnham R.* Size effects and nonlinear phenomena in ferroic ceramics // *Third Euro-Ceramics* / Eds. P. Duran, J. Fernandes. – Faenza : Editrice Iberica, 1993. – V. 2. – P. 1–9.
63. *Paesler M. A., Moyer P. J.* *Near-Field Optics : Theory, Instrumentation and Applications*. – Wiley, 1996.
64. *Palumbo G., Erb U., Aust K.* Triple line disclination effect on the mechanical behavior of materials // *Scripta Metallurgica et Materialia*. – 1990. – V. 24. – P. 1347–1350.
65. *Rai-Choudhury P.* *Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication*. Bellingham : SPIE, 1997.

66. *Romanov S. G.* [et al.] // *Syntetic Metals.* – 2001. – V. 116. – P. 475–479.
67. *Sakurai T.* *Advances in scanning probe microscopy.* – Springer-Verlag, 2000.
68. «The Millipede» – Nanotechnology Entering Data Storage / P. Vitter [et al.]. – 2005. – 22 p. ([http://domino.research.ibm.com/comm/pr.nsf/pages/rscd.millipede-picg.html/\\$FILE/pv7201-preprint.pdf](http://domino.research.ibm.com/comm/pr.nsf/pages/rscd.millipede-picg.html/$FILE/pv7201-preprint.pdf)).
69. *Whitesides G., Grzybowski B.* Self-assembly at all scales // *Science.* – 2002. – 295. – P. 2418–2421.
70. *Yablonovitch E.* // *Phys. Rev. Lett.* – 1987. – V. 58. – № 20. – P. 2059–2062.
71. *Yoshino K.* [et al.] // *Appl. Phys. Lett.* – 1999. – V. 74. – № 18. – P. 2590–2592.
72. <http://ufn.ru>.
73. *Власов А. И., Елсуков К. А., Панфилов Ю. В.* Методы микроскопии. – М. : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2011. – 280 с. (Библиотека «Наноинженерия» : в 17 кн. Кн. 1).

СОДЕРЖАНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ	5
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ	7
ВВЕДЕНИЕ	8
1. КОНСПЕКТ ЛЕКЦИЙ	10
1.1. НАНОРАЗМЕРНЫЕ СТРУКТУРЫ: КЛАССИФИКАЦИЯ, ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ	10
1.1.1. Общие сведения о наноразмерных структурах	10
1.1.2. Особенности свойств наноструктур	21
1.1.3. Применения наноструктур для создания элементов приборных устройств	28
1.2. ВВЕДЕНИЕ В ЭЛЕКТРОННУЮ МИКРОСКОПИЮ	32
1.2.1. Введение в основы электронной микроскопии	32
1.2.2. Существующие виды электронных микроскопов	36
1.3. ПРОСВЕЧИВАЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ	37
1.3.1. Основы просвечивающей электронной микроскопии	37
1.3.2. Конструкция просвечивающего электронного микроскопа	37
1.3.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним	41
1.3.4. Формирование луча.....	42
1.3.5. Методы визуализации.....	43
1.3.6. Недостатки и ограничения, особенности применения ПЭМ	43
1.4. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ	46
1.4.1. Физические основы растровой электронной микроскопии	46
1.4.2. Устройство и работа растрового электронного микроскопа	50
1.4.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним	57
1.4.4. Технические возможности растрового электронного микроскопа.....	58

1.5. ЗЕРКАЛЬНАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ.....	59
1.5.1. Физические основы зеркальной электронной микроскопии.....	59
1.5.2. Конструкция зеркального электронного микроскопа.....	61
1.5.3. Виды отображения результатов.....	65
1.5.4. Разрешение и чувствительность.....	68
1.5.5. Применение ЗЭМ.....	70
1.6. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ.....	71
1.6.1. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа.....	71
1.6.2. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора.....	74
1.6.3. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним.....	75
1.6.4. Технические возможности рентгеноспектрального микроанализатора.....	76
1.6.5. Области применения рентгеноспектрального микроанализатора.....	78
2. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ.....	80
2.1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1. ОСНОВЫ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	80
2.2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ НА РАСТРОВОМ ЭЛЕКТРОННОМ МИКРОСКОПЕ.....	86
2.3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	91
2.4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4. РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ.....	100
2.5. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5. АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА.....	103
3. МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ.....	113
3.1. НОРМАТИВНАЯ ДОКУМЕНТАЦИЯ ПО ДИСЦИПЛИНЕ.....	113
3.1.1. Учебно-методический комплекс по дисциплине.....	113
3.1.2. Примерная базовая программа дисциплины.....	118
3.2. СТРУКТУРА И СОСТАВ ФОНДОВ ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ.....	126
3.2.1. Перечень вопросов для рейтинговых и контрольных мероприятий.....	126
3.2.2. Варианты экзаменационных билетов.....	127

3.3. СПЕЦИФИКАЦИЯ УЧЕБНЫХ ВИДЕО- И АУДИОМАТЕРИАЛОВ, СЛАЙДОВ, ЭСКИЗОВ ПЛАКАТОВ И ДРУГИХ ДИДАКТИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ	134
3.3.1. Спецификация слайдов – конспектов лекций.....	134
3.3.2. Пример оформления дидактических материалов по лекциям	135
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	138
ПРИЛОЖЕНИЕ 1. РАБОЧАЯ ТЕТРАДЬ	140
ЛИТЕРАТУРА	160

Учебно-методический комплекс
по тематическому направлению деятельности
ННС «Наноинженерия»

Андрей Игоревич **Власов**
Кирилл Андреевич **Елсуков**
Илья Алексеевич **Косолапов**

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Редакторы *С. Н. Капранов, К. Ю. Савинченко*
Технические редакторы *М. Р. Фишер, А. Л. Репкин*
Корректор *Т. В. Тимофеева*
Компьютерная графика *М. Р. Фишер, Т. Н. Нечитайлюк,*
А. С. Рогоза, Л. Ю. Тимофеев
Дизайн обложки *М. Р. Фишер*

Оригинал-макет подготовлен
в редакционно-издательском отделе КФ МГТУ им. Н. Э. Баумана.
Тел. 8-4842-57-31-87

Подписано в печать 10.05.2011. Формат 60×90/16. Бумага офсетная.
Усл. печ. л. 10,5. Тираж 500 экз. Заказ №

Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана
105005, Москва, 2-я Бауманская, 5.
E-mail: press@bmstu.ru
<http://www.press.bmstu.ru>

Отпечатано в типографии МГТУ им. Н. Э. Баумана
105005, Москва, 2-я Бауманская, 5.
Тел.: 8-499-263-62-01