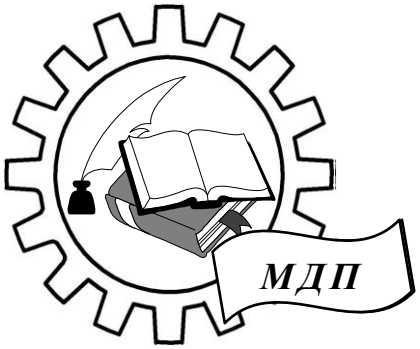
МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ТАВРІЙСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ АГРОТЕХНОЛОГІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ФАКУЛЬТЕТ ІНЖЕНЕРІЇ ТА КОМП'ЮТЕРНИХ ТЕХНОЛОГІЙ



Кафедра обладнання переробних і
харчових виробництв імені професора
Ф.Ю. Ялпачика

ЕЛЕКТРОННА МІКРОСКОПІЯ

Методичні вказівки до виконання практичної роботи
з дисципліни "Методи дослідження процесів"

Спеціальність 133 "Галузеве машинобудування"
ОС Магістр

Мелітополь
2018

Електронна мікроскопія. Методичні вказівки для студентів, що навчаються за спеціальністю 133 "Галузеве машинобудування" ОС Магістр - Таврійський державний агротехнологічний університет, 2018 - 14 с.

Розробники: к.т.н., доцент кафедри ОПХВ ім Ф. Ю. Ялпачика
Самойчук К.О.
асистент кафедри ОПХВ ім Ф. Ю. Ялпачика
Ковальов О.О.

Рецензент: к.т.н.,доц. каф. Електротехнології і теплові процеси Вороновський І. Б.

Розглянуто та рекомендовано до друку на засіданні кафедри ОПХВ

Протокол № від 2018 р.

Методичні вказівки затверджені методичною радою факультету ІКТ

Протокол № від 2018 р

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА

Тема: Електронна мікроскопія

Мета: розширити і поглибити знання студентів із сутності, видам та області застосування електронної мікроскопії

Час: 2 год.

1.1 Порядок виконання роботи

- представити викладачу виконане завдання для самопідготовки. Умову завдання наведено у п. 1.2;
- проробити практичну частину;
- виконати домашнє завдання.

1.2 Завдання для самопідготовки

У процесі підготовки до заняття студент в обов'язковому порядку повинен виконати наступні завдання:

а) вивчити конспект лекцій;

б) опрацювати рекомендовану літературу;

в) занести у зошит для практичних робіт такі матеріали:

1) Мікроструктура та атомарна структура металів.

2) Сутність інтерференції і дифракції.

3) Магнітні та електронні поля.

1.3 Практична частина

1.3.1 Електронна мікроскопія як метод дослідження

Електронна мікроскопія - сукупність методів дослідження за допомогою *електронних мікроскопів* (МЕ) мікроструктур тіл (аж до атомно-молекулярного рівня), їх локального складу і локалізованих на поверхнях або

в мікрооб'ємах тіл електричних і магнітних полів (мікрополів). Електронна мікроскопія включає також удосконалення і розробку нових МЕ і інших корпускулярних мікроскопів (наприклад, протонного мікроскопа) і приставок до них; розробку методик підготовки зразків, досліджуваних в МЕ; вивчення механізмів формування електронно-оптичних зображень; розробку способів аналізу одержуваної інформації.

Об'єкти дослідження в електронній мікроскопії — звичайно тверді тіла. В просвічувальних МЕ (ПЕМ) електрони з енергіями від 1 кеВ до 5МеВ проходять крізь об'єкт, тому вивчаються зразки у вигляді тонких плівок, фольги, зрізів і т.п. товщиною від 1 нм до 10 мкм (від $10A^0$ до $105A^0$). Мікрокристали, порошки, аерозолі і т.п. можна вивчати, нанісши їх заздалегідь на підкладку: тонку плівку для дослідження в ПЕМ або масивну підкладку для дослідження в растрових МЕ (РЕМ). Поверхневу і приповерхневу структуру масивних тіл товщиною істотно більше 1 мкм досліджують за допомогою РЕМ (рисунок 1), відбивних, дзеркальних МЕ, *іонних проекторів* і *електронних проекторів.*

Рисунок 1 – Зображення заздалегідь відполірованої, а потім підданій іонному бомбардуванню поверхні монокристала міді. Знято в растровому електронному мікроскопі. Збільшення 3000 разів.

Поверхнева *геометрична* структура масивних тіл вивчається також і методом *реплік*: з поверхні такого тіла знімається відбиток у вигляді тонкої плівки вуглецю, колодія, формвара і т.п., що повторює рельєф поверхні і що розглядається в ПЕМ.

Звичайно заздалегідь на репліку у вакуумі напилюється під ковзаючим (малим до поверхні) кутом шар сильно розсіюючого електрони важкого металу (наприклад, Pt), відтіняючий виступи і западини геометричного рельєфу – так званий метод декорування. Цей метод дозволяє досліджувати не тільки геометрію структури поверхонь, але і мікрополя, обумовлені дислокаціями (рисунок 2), скупченнями точкових дефектів, ступенями зростання кристалічних граней, доменною структурою і т.д.

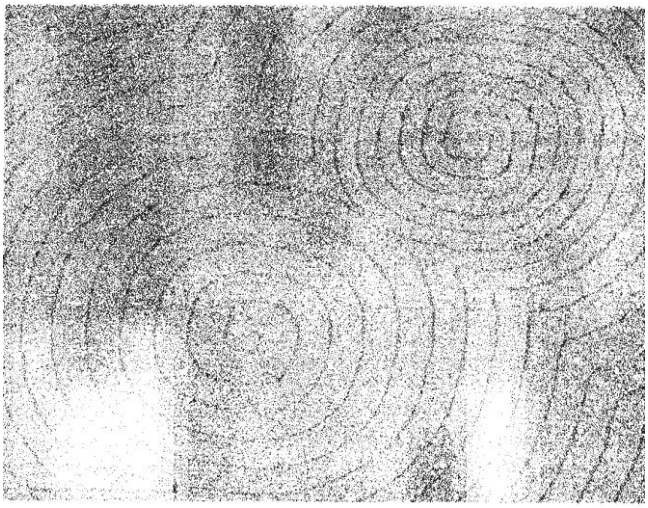


Рисунок 2 – Гвинтові дислокації на поверхні кристала NaC1, підданого термічному травленню при температурі 773К. Зображення отримано методом декорування.

В цьому випадку на поверхню зразка спочатку напилюється дуже тонкий шар декоруючих частинок (атоми A_u, P_t, молекули напівпровідників або діелектриків), що осідають переважно на ділянках зосередження мікрополів, а потім знімається репліка з включеннями декоруючих частинок.

За допомогою газових мікрокамер — приставок до ПЕМ або РЕМ — можна вивчати рідкі і газоподібні об'єкти, не стійкі до дії високого вакууму, у тому числі вологі біологічні препарати. Радіаційна дія опромінюючого електронного пучка досить велика, тому при дослідженні біологічних, напівпровідникових, полімерних і т.п. об'єктів необхідно ретельно вибирати режим роботи МЕ, що забезпечує мінімальну дозу опромінювання.

Разом з дослідженням статичних, не змінних в часі об'єктів,

електронна мікроскопія дає можливість вивчати різні процеси в динаміці їх розвитку: зростання плівок, деформацію кристалів під дією змінного навантаження, зміну структури під впливом електронного або іонного опромінювання і т.д. Завдяки малій інерційності електронів можна досліджувати періодичні в часі процеси, наприклад, перемагнічування тонких магнітних плівок, зміну поляризації сегнетоелектриків, розповсюдження УЗ хвиль і т.д. Ці дослідження проводять методами *стробоскопічної* електронної мікроскопії (рисунок 3): зразок «освітлюється» електронним пучком не безперервно, а імпульсно, синхронно з подачею імпульсної напруги на зразок, що забезпечує фіксацію на екрані приладу певної фази процесу точно так, як і це відбувається в світлооптичних *стробоскопічних приладах.*

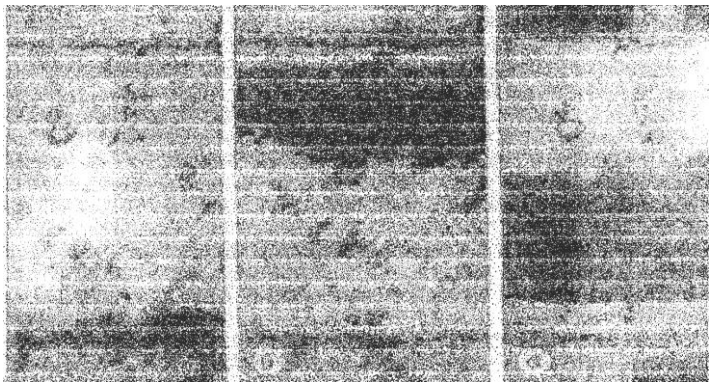


Рисунок 3 – Зображення поверхні кремнієвого ПП діода, отримані в стробоскопії емісійному електронному мікроскопі:

а – напруга на діоді відсутня;

б – на діод подано замикаючу напругу 40В

темна область – падіння напруги на p – n-переході;

в – короткочасне (менше 40 нс) пряме падіння напруги (широка темна область) на базі діода при перемиканні його в стан, при якому він «відімкнений».

Граничний тимчасовий дозвіл при цьому може у принципі складати близько 10^{-15} с для ПЕМ (поки практично реалізований дозвіл ~10^{-12} с для

ПЕМ і РЕМ). Аморфні і квазіаморфні тіла, розміри частинок яких менше відстані в МЕ що дозволяється, розсіюють електрони дифузно. Для їх дослідження використовуються найпростіші методи амплітудної електронної мікроскопії. Наприклад, в ПЕМ контраст зображення, тобто перепад яскравості зображення сусідніх ділянок об'єкту, в першому наближенні пропорційний перепаду товщини цих ділянок.

Для розрахунку контрасту зображень кристалічних тіл і рішення зворотної задачі – розрахунку структури об'єкту по спостережуваному зображенню – притягуються методи фазової електронної мікроскопії: розв'язується задача про дифракцію електронів на кристалічних решітках. При цьому додатково враховуються непружні взаємодії електронів з об'єктом: розсіяння на плазмонах, фонолах і т.п. В ПЕМ і растрових ПЕМ (ПРЕМ) з високою роздільною здатністю одержують зображення окремих молекул або атомів важких елементів; користуючись методами фазової електронної мікроскопії, відновлюють по зображеннях тривимірну структуру кристалів і біологічних макромолекул. Для вирішення подібних задач застосовують, зокрема, методи *голографії,* а розрахунки проводять на ЕОМ.

Різновид фазової електронної мікроскопії – інтерференційна електронна мікроскопія, аналогічна оптичній інтерферометрії, електронний пучок розщеплюється за допомогою *електронних призм,* і в одному з плечей інтерферометра встановлюється зразок, що змінює фазу електронної хвилі, що проходить крізь нього. Цим методом можна зміряти, наприклад, внутрішній, електричний потенціал зразка.

За допомогою *лоренцевої* електронної мікроскопії, в якій вивчають явища, обумовлені *силою Лоренца,* досліджують внутрішні магнітні і електричні поля або зовнішні поля розсіяння, наприклад, поля магнітних доменів в тонких плівках (рисунок 4), сегнетоелектричних доменів, поля головок для магнітного запису інформації і т.п.

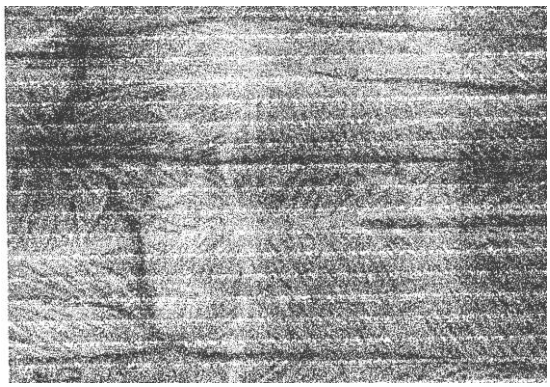


Рисунок 4 – Зображення доменної структури тонкої, однорідної по товщині пермаллоевої плівки. Знято в просвічувальному електронному мікроскопі, при дефокусировці зображення (метод лоренцевої електронної мікроскопії). Світлі і темні вузькі смуги — межі доменів. Видні "брижі" намагніченості, що виникають унаслідок малих змін напрямів векторів намагніченості усередині доменів.

Склад об'єктів досліджується методами мікродифракції, тобто електронографії локальних ділянок об'єкту; методами рентгенівського і катодолюмінесцентного локального спектрального мікроаналізу: реєструється рентгенівське випромінювання на *характеристичних частотах* або катодолюмінесценція, виникаючі при бомбардуванні зразка сфокусованим пучком електронів (діаметр електронного «зонда» менше 1 мкм).

Крім того, вивчаються енергетичні спектри вторинних електронів, вибитих первинним електронним пучком з поверхні або з об'єму зразка.

Інтенсивно розробляються методи кількісного електронного мікрокопіювання – точного вимірювання різних параметрів зразка або досліджуваного процесу, наприклад, вимірювання локальних електричних потенціалів, магнітних полів (рисунок 5), мікрогеометрії поверхневого рельєфу і т.д. МЕ використовуються і з технологічною метою (наприклад, для виготовлення мікросхем методом електронолітографії).

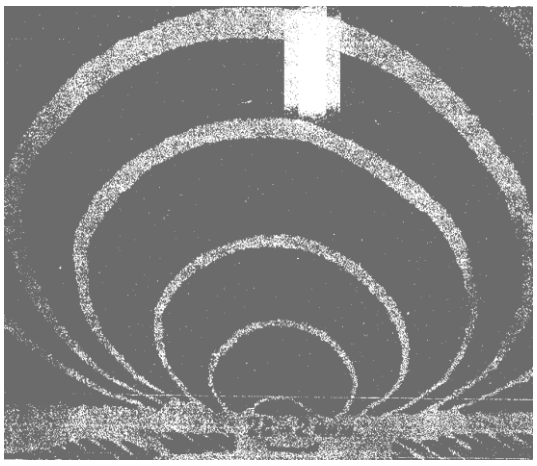


Рисунок 5 – Зображення ліній рівної напруженості поля (від 25 до 150 Гс через 25 Гс) над зазором магнітної головки (ширина зазора 2 δ = 2 мкм) для магнітного запису інформації. Отримано в растровому електронному мікроскопі із спеціальною приставкою.

1.3.2 Електронний мікроскоп

Електронний мікроскоп – прилад для спостереження і фотографування в багато разів (до 10° разів) збільшеного зображення об'єктів, в якому замість світлового проміння використовуються пучки електронів, прискорених до великих енергій (30—100 кЕВ і більше) в умовах глибокого вакууму.

Фізичні основи електронно-оптичних приладів були закладені майже за сто років до появи електронного мікроскопа ірландським математиком У.Р. Гамільтоном, що встановив існування аналогії між проходженням світлового проміння в оптично неоднорідних середовищах і траєкторіями частинок, в силових полях. Доцільність створення електронного мікроскопа стала очевидною після висунення в 1924 гіпотези про *хвилі де Бройля,* а технічні передумови були створені німецьким фізиком Х. Бушем, який дослідив фокусуючі властивості осесиметричних полів і розробив магнітну електронну лінзу (1926). В 1928 німецькі вчені М. Кнолль і Е. Руска приступили до створення першого магнітного електронного просвічувального мікроскопа (ПЕМ), і через три роки отримали зображення об'єкту, сформоване пучками електронів. Надалі (М. фон Арденне,

Німеччина, 1938; В. К. Зворикін, США, 1942) були побудовані перші растрові електронні мікроскопи (РЕМ), що працюють за принципом сканування (розгортання), тобто послідовного від точки до точки переміщення тонкого електронного пучка (зонда) по об'єкту. До середини 1960-х рр. РЕМ досягли високої технічної досконалості, і з того часу почалося їх широке застосування в наукових дослідженнях. ПЕМ володіють найвищою, роздільною здатністю (РЗ), перевершуючи по цьому параметру світлові мікроскопи в декілька тисяч раз.

1.4 Контрольні питання

1. Що таке електронна мікроскопія?
2. Що включає в себе електронна мікроскопія?
3. Види електронної мікроскопії.
4. В чому полягає принцип просвічувальної електронної мікроскопії (ПЕМ).
5. В чому полягає принцип растрової електронної мікроскопії (РЕМ).
6. Види растрової електронної мікроскопії.
7. В чому полягає метод реплік?
8. Які методи використовують для дослідження динамічних процесів в електронній мікроскопії?
9. Які методи фазової електронної мікроскопії ви знаєте і для чого вони використовуються?
10. В чому суть метода лоренцевої електронної мікроскопії?
11. Суть і призначення метода мікродифракції.
12. Принцип дії електронного мікроскопа.

1.5 Домашнє завдання

Відповісти на наступні запитання:

- принцип дії оптичного мікроскопа;
- сутність явища дифракції світла;
- методи вимірювання напруженості електромагнітного поля.

Рекомендована література

1. Ньюбури Д. Е. Основы аналитической электронной микроскопии / Д. Е. Ньюбури, Дж.М. Каулии и др ; пер. с англ. Под ред Усикова.М.П. -М.: Металлургия, 1990, - 583 с.

2. Нахмансон М.С. Диагностика состава материалов рентгенодифракционными и спектральными методами / М.С.Нахмансон, В.Г.Фекличев. – Л.: Машиностроение, 1990, - 356 с.

3. Базарова В.И. Исследование продовольственных товаров / В.И.Базарова, Л А. Боровикова. – М.: Экономика, 1986. – 293 с.