

2.13. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 13. 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. 2.44 представлен пульт управления микроскопом. Малый пульт с двумя джойстиками 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. 2.44. Средства управления растровым электронным микроскопом

На рис. 2.45 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.

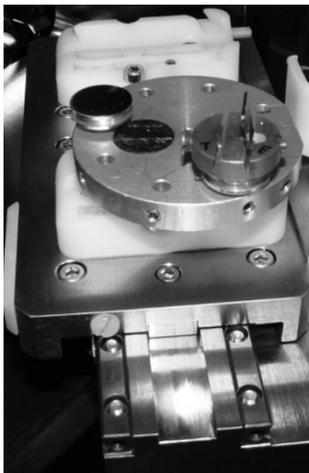


Рис. 2.45. Предметный столик с держателем образцов

На рис. 2.46 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.

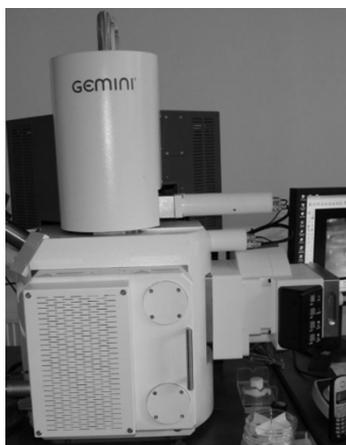


Рис. 2.46. Общий вид колонны микроскопа

На рис. 2.47 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.

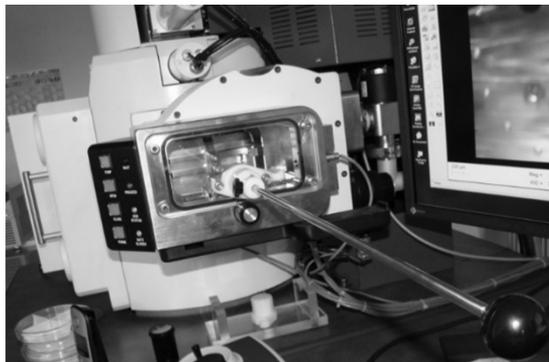


Рис. 2.47. Камера предварительной загрузки и загрузчик

На рис. 2.48 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. 2.48. 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 мониторы. 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 заряжения 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 испуска-

тель, 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.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1. Краткую теоретическую часть.
2. Схематическое изображение или фотографию растрового электронного микроскопа и прибора Zeiss Ultra 55 с указанием их основных частей.
3. Краткое описание исследуемого образца.
4. Фотографии или эскизы образцов.
5. Последовательность загрузки образцов
6. Выводы.

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?